



SKRIPSI – TK 141581

**PENGARUH SUHU DAN KONSENTRASI NaOH
PADA PROSES HIDROTHERMAL JERAMI PADI
UNTUK BAHAN BAKU BIOGAS**

**Khozin Asror
NRP. 2314 105 021**

**Ayu Rahma Emilia
NRP. 2314 105 032**

**Dosen Pembimbing:
Prof. Dr. Ir. Arief Widjaja, M. Eng
NIP. 1966 05 23 1991 02 1001**

**DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**



FINAL PROJECT – TK 141581

**EFFECT OF TEMPERATURE AND
CONCENTRATION NaOH ON THE PROCESS
HYDROTHERMAL OF RICE STRAW FOR BIOGAS
MATERIALS**

By:

Khozin Asror

NRP. 2314 105 021

Ayu Rahma Emilia

NRP. 2314 105 032

Advisor:

Prof. Dr. Ir. Arief Widjaja, M. Eng

NIP. 1966 05 23 1991 02 1001

**DEPARTMENT OF CHEMICAL ENGINEERING
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY
SURABAYA
2017**

LEMBAR PENGESAHAN

"PENGARUH SUHU DAN KONSENTRASI NaOH PADA PROSES HIDROTHERMAL JERAMI PADI UNTUK BAHAN BAKU BIOGAS"

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh
Gelara Sarjana Teknik pada Program Studi S-1 Jurusan Teknik
Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh :

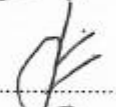
Khozín Asror 2314105021
Ayu Rahma Emilia 2314105032

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir:


1. Prof. Dr. Ir. Arief Widjaja, M.Eng
(Pembimbing)

()


2. Prof. Dr. Ir. Tri Widjaja, M.Eng
(Penguji 1)

()

3. Dr. Ir. Sumarno, M.Eng
(Penguji 2)

()

4. Dr. Eva Oktavia Ningsrum, ST., M.S
(Penguji 3)

()



Surabaya, Januari 2017

PENGARUH SUHU DAN KONSENTRASI NaOH PADA PROSES HIDROTHERMAL JERAMI PADI UNTUK BAHAN BAKU BIOGAS

**Nama Mahasiswa : 1. Khozin Asror (2314105021)
2. Ayu Rahma Emilia (2314105032)**
Departemen : Teknik Kimia, FTI-ITS
Dosen Pembimbing : Prof. Dr. Ir. Arief Widjaja, M.Eng

ABSTRAK

Dalam dekade terakhir, tingkat konsumsi energi semakin tinggi, sedangkan sumber energi fosil terbatas. Sehingga diperlukan usaha untuk mendapatkan energi terbarukan. Disisi lain, limbah pertanian sangat melimpah di Indonesia, salah satunya adalah jerami padi yang dapat dibuat untuk bahan baku biogas sebagai energi terbarukan. Komponen terbesar penyusun jerami padi adalah selulosa (35-50%), hemiselulosa (20-35%) dan lignin (10-25%). Selulosa dan hemiselulosa merupakan komponen jerami padi yang dapat dikonversikan menjadi biogas. Sedangkan lignin pada jerami padi sulit terdegradasi dan dapat menghalangi mikroorganisme pembentuk biogas mendegradasi selulosa dan hemiselulosa, sehingga diperlukan pretreatment untuk melepaskan ikatan lignin dengan selulosa dan hemiselulosa. *Pretreatment* dilakukan secara hydrothermal dengan penambahan NaOH. Tujuan penelitian ini untuk mengetahui pengaruh pretreatment hidrothermal alkali pada jerami terhadap delignifikasi lignin, kelarutan selulosa dan hemiselulosa, terbentuknya gula reduksi dan furfural, serta penurunan derajat kristalinitas selulosa yang berpengaruh terhadap peningkatan yield biogas. Dalam penelitian ini digunakan 200 gram jerami padi dengan ukuran ± 5 cm dan perendaman dalam air selama 6 jam. Variabel yang digunakan

yaitu NaOH sebesar 3%, 5%, dan 7% (b/TS) dan suhu 100°C, 120°C dan 140°C. Preteatment dilakukan menggunakan autoclave dengan perbandingan air dan jerami 8:1 dengan pemanasan selama 2 jam. Setelah proses pretreatment padatan jerami dan filtrat dipisahkan, kemudian padatan jerami dikeringkan.

Hasil dari penelitian ini diketahui bahwa *pretreatment* hidrothermal dan NaOH mampu meningkatkan degradasi organik jerami padi yang diindikasikan oleh meningkatnya delignifikasi jerami padi dan meningkatnya kadar gula yang larut dalam air. semakin tinggi suhu dan konsentrasi NaOH maka semakin banyak lignin dan hemiselulosa yang larut. Sedangkan gula reduksi yang terbentuk mengalami peningkatan berdasarkan kenaikan suhu dan konsentrasi NaOH. Sehingga didapatkan kecenderungan bahwa degradasi organik jerami padi tertinggi terjadi pada suhu dan konsentrasi NaOH yang lebih tinggi.

Kata kunci : Jerami padi, Pretreatment Hidrothermal, Biogas, NaOH, Selulosa, degradasi organik

EFFECT OF TEMPERATURE AND CONCENTRATION NaOH ON THE PROCESS HYDROTHERMAL OF RICE STRAW FOR BIOGAS MATERIALS

Name : 1. Khozin Asror (2314105021)
2. Ayu Rahma Emilia (2314105032)
Advisor : Prof. Dr. Ir. Arief Widjaja, M.Eng
Department : Chemical Engineering, FTI-ITS

ABSTRACTION

In the last decade, the level of energy consumption is more higher, whereas the fossil energy sources is limited.. So that the efforts is needed to obtain renewable energy. On the other hand, agricultural waste are abundant in Indonesia, one of which is rice straw that can be made to the raw material of biogas as a renewable energy. The biggest components in the rice straw is cellulose (35-50%), hemicellulose (20-35%) and lignin (10-25%). Cellulose and hemicellulose are the components of rice straw whose convertible into biogas. While the lignin in rice straw is a component that difficult to degradabled and can disrupt biogas-forming microorganisms to degrade cellulose and hemicellulose, pretreatment is requiring to release the lignin linkage with cellulose and hemicellulose. Hydrothermal pretreatment carried out with the addition of NaOH. The purpose of this study is to determine the effect of alkali hydrothermal pretreatment on rice straw against delignification of lignin, solubility of cellulose and hemicellulose. The forming of sugar and furfural, and reducing the degree of crystallinity of cellulose that affect biogas yield. In this study, 200 grams of rice straw with a size of ± 5 cm and immersion in water for 6 hours is used. The variables that used are NaOH of 3%, 5% and 7% (w / TS) and 100 ° C, 120 ° C and 140 ° C temperatures. Pretreatment carried out using an autoclave with ratio of water and

straw are 8: 1 and heating for 2 hours. After the pretreatment, solids rice straw and the filtrate was separated, then the solids is dried.

The conclusions of this study are obtained hydrothermal pretreatment can improve the degradation organic of the rice straw as indicated by increased delignification of the rice straw and the increased of dissolved sugar in water. Higher temperature and concentrations of NaOH, can causing lignin and hemicellulose more dissolved. While the formed reducing sugar is increased based on the increased temperature and the concentration of NaOH. So that the highest organic degradation is occur at higher temperatures and concentrations of NaOH.

Keywords : Hydrothermal Pretreatment, Rice Straw, Biogas materials, Organic Degradation, Concentration of NaOH

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya yang kepada kami semua. Sehingga kami dapat menyelesaikan laporan proposal skripsi dengan judul :

“ Pengaruh Suhu dan Konsentrasi NaOH Pada Proses Hidrothermal Jerami Padi untuk Bahan Baku Biogas ”

Laporan Proposal Skripsi merupakan salah satu persyaratan yang harus dilalui mahasiswa Teknik Kimia FTI-ITS guna memperoleh gelar sarjana. Proposal skripsi ini kami susun berdasarkan aplikasi ilmu pengetahuan yang terdapat dalam literatur buku maupun data internet, khususnya di Laboratorium Teknologi Biokimia Teknik Kimia FTI-ITS. Penulis menyadari dalam penyusunan proposal skripsi ini tidak akan selesai tanpa bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini kami ingin mengucapkan terima kasih kepada :

1. Allah SWT
2. Orang tua dan keluarga atas segala kasih sayang, kesabaran, doa dan pengorbanan dalam mendidik dan membesarkan kami.
3. Bapak Dr. Ir. Arief Widjaja, M. Eng. Dosen pembimbing sekaligus Kepala Laboratorium Teknologi Biokimia jurusan Teknik Kimia FTI-ITS, atas bimbingan, kritik dan saran yang telah diberikan
4. Bapak Juwari, ST., M.Eng., Ph.D selaku ketua jurusan Teknik Kimia FTI-ITS.
5. Bapak/Ibu dosen penguji.
6. Seluruh dosen dan karyawan yang ada di lingkup Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS.
7. Rekan-rekan di Laboratorium Teknologi Biokimia serta angkatan LJ Genap 2014 yang telah memberikan saran, motivasi, serta ilmu yang tidak putus-putusnya kepada kami.

8. Serta semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang telah banyak membantu dalam proses pengerjaan laporan pra desain pabrik ini.

Kami menyadari bahwa masih banyak hal yang perlu diperbaiki dalam tugas ini, oleh karena itu kami sangat mengharapkan saran dan kritik yang membangun dari semua pihak. Akhir kata, semoga tugas akhir ini dapat bermanfaat bagi kita semua.

Surabaya, 25 Januari 2017

Penyusun

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	
LEMBAR PENGESAHAN	
ABSTRAK.....	iii
ABSTRACT	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
BAB I PENDAHULUAN	
I.1 Latar Belakang.....	1
I.2 Rumusan Masalah.....	3
I.3 Tujuan Penelitian	3
I.4 Manfaat Penelitian	3
I.5 Kebaruan Penelitian.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
II.1 Bahan Baku	4
II.2 Bahan Berlignoselulosa	6
II.3 Pengolahan Jerami Padi.....	11
II.4 Hydrothermal <i>Pretreatment</i>	15
II.5 Hasil Penelitian Sebelumnya	17
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
III.1 Tempat dan Waktu Penelitian	20
III.2 Bahan dan Alat.....	20
III.3 Variabel Penelitian	21
III.4 Tahapan Metode Penelitian.....	21
III.5 Prosedur Analisa Kadar Lignoselulosa dengan Metode Chesson-Datta (Datta 1981)	22
III.6 Prosedur Analisa Gula Reduksi dengan Metode DNS	24
III.7 Analisa XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>).....	26
III.8 Diagram Alir Penelitian	27

BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

IV.1 <i>Pretreatment</i> Mekanik	33
IV.2 <i>Pretreatment</i> Hidrothermal dan NaOH.....	34
IV.3 Analisa Selulosa, Hemiselulosa, dan Lignin.....	37
IV.4 Gula Reduksi.....	44
IV.5 Analisa Kristalinitas Selulosa dengan XRD	48

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

V.1 Kesimpulan	53
V.2 Saran.....	53

DAFTAR PUSTAKA xi

APPENDIKS

DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1	Struktur Selulosa, Hemiselulosa, dan Lignin...	7
Gambar II.2	Struktur selulosa dalam dinding sel tanaman ..	8
Gambar II.3	Struktur molekul selulosa	9
Gambar II.4	Struktur molekul hemiselulosa	10
Gambar II.5	Struktur molekul lignin.....	11
Gambar II.6	Skema proses <i>pretreatment</i>	15
Gambar II.7	Skema proses <i>Hydrothermal pretreatment</i>	15
Gambar II.8	Skema kompleks karbohidrat lignin bereaksi dengan NaOH.....	16
Gambar III.1	Autoclave Proses Hidrothermal	22
Gambar III.2	Rangkaian alat analisa <i>Chesson-Datta</i>	24
Gambar IV.1	Jerami padi setelah dilakukan penggilingan	34
Gambar IV.2	Skema reaksi lignin karbohidrat kompleks dengan NaOH.....	35
Gambar IV.3	Perbedaan penampakan jerami padi sebelum (kanan) dan setelah (kiri) <i>pretreatment</i> hidrothermal dan NaOH.....	36
Gambar IV.4	Filtrat hasil <i>pretreatment</i> hidrothermal dan NaOH.....	36
Gambar IV.5	Grafik Kandungan Selulosa Sebelum dan Setelah <i>Preteatment</i>	38
Gambar IV.6	Grafik Kandungan Hemiselulosa Sebelum dan Setelah <i>Pretreatment</i>	38
Gambar IV.7	Grafik Kandungan Lignin Sebelum dan Setelah <i>Pretreatment</i>	39
Gambar IV.8	Grafik hubungan delignifikasi dengan suhu <i>pretreatment</i>	41
Gambar IV.9	Grafik hubungan delignifikasi dengan konsentrasi NaOH saat <i>pretreatment</i> ..	42
Gambar IV.10	Mekanisme reaksi hidrolisis selulosa	44
Gambar IV.11	Mekanisme reaksi pembentukan 5-HMF	44
Gambar IV.12	Kurva Standar Glukosa untuk Menguji Konsentrasi Gula Reduksi	46

Gambar IV.13	Grafik <i>Gula Reduksi Di Filtrat Hasil pretreatment</i>	47
Gambar IV.14	Grafik hasil analisa xrd jerami padi sebelum dan setelah <i>pretreatment</i>	49
Gambar IV.15	Grafik hasil analisa XRD dari selulosa murni (<i>micro crystalline cellulose</i>)	50
Gambar IV.16	Grafik index kristalinitas jerami padi sebelum dan setelah pretreatment	51

DAFTAR TABEL

Tabel II.1	Data perkiraan produksi jerami di berbagai Negara	5
Tabel II.2	Karakteristik jerami padi	6
Tabel II.3	Efek preteratment pada alterasi struktur dan komposisi biomassa lignoselulosa	12
Tabel II.4	Perbandingan antara <i>pretreatment</i> asam dan <i>pretreatment</i> basa	14
Tabel IV.1	Komponen kimia jerami padi sebelum pretreatment hydrothermal dan NaOH.....	35
Tabel IV.2	Kadar Selulosa, Hemiselulosa dan Lignin Jerami Padi sebelum dan setelah pretreatment .	37
Tabel IV.3	Perbandingan komposisi jerami padi setelah pretreatment dengan penelitian terdahulu.....	43
Tabel IV.4	Perhitungan kurva standar glukosa untuk menguji gula reduksi	45
Tabel IV.5	Konsentrasi dan Yield Gula Reduksi pada filtat Hasil pretreatment	47

BAB I

PENDAHULUAN

I.1. Latar Belakang

Kebutuhan akan konsumsi energi yang dari waktu ke waktu selalu meningkat karena seiring bertambahnya penduduk, menyebabkan permintaan akan kebutuhan energi tak pernah ada habisnya, padahal persediaan minyak mentah terbatas. Penggunaan energi tersebut guna memenuhi kebutuhan akan rumah tangga, kendaraan, industri, pengolahan untuk pertanian, dan lain sebagainya. Konsumsi bahan bakar minyak (BBM) yang terus menerus akan mengakibatkan cadangan minyak kian menipis apabila tidak diimbangi dengan upaya untuk mencari energi alternatif. Padahal BBM merupakan salah satu energi fosil yang tidak dapat di perbaharui (unrenewable). Maka, perlu dicari untuk mendapatkan sumber energi alternatif yang dapat diperbaharui (renewable).

Salah satu sumber energi alternatif yang dapat di kembangkan dan bahan-bahannya mudah di dapat di negara agraris ini adalah Biogas. Biogas adalah gas yang dihasilkan secara mikrobiologi anaerobik dari limbah organik (Khorsidi dan Arian, 2008). Biogas terdiri dari campuran metana CH_4 (55-70%), CO_2 (25-50%), H_2O (1-5%), H_2S (0-0,5%), N_2 (0-5%) dan NH_3 (0-0,05%) (Deublein dan Steinhauser, 2008). Dimana biogas merupakan energi terbarukan yang dapat dihasilkan dengan teknologi tepat guna yang sederhana. Biogas dapat di peroleh dengan cara memanfaatkan limbah berupa kotoran hewan ternak, sampah, bahkan tinja manusia. Selain itu biogas juga dapat dibuat dari limbah hasil pertanian.

Salah satu limbah pertanian yang bisa digunakan sebagai bahan baku pembuatan biogas adalah jerami padi. Dimana jerami padi bisa di konversi menjadi biogas dan digunakan sebagai energi alternatif pengganti bahan bakar minyak. Jerami padi merupakan bagian dari batang padi tanpa akar yang tertinggal setelah diambil butir buahnya. Menurut FAO (2005), Indonesia

merupakan produsen padi ketiga terbesar di dunia yaitu sebesar 9% dari total produksi dunia setelah China (31%) dan India (9%). Namun, tanaman pangan di Indonesia selalu membawa hasil samping atau limbah pertanian hingga mencapai jutaan ton tiap tahunnya. Di Indonesia jerami padi merupakan salah satu limbah pertanian terbesar. Menurut data BPS tahun 2006, luas sawah di Indonesia adalah 11,9 juta ha. Produksi per hektar sawah bisa mencapai 12-15 ton bahan kering setiap kali panen, tergantung lokasi dan varietas tanaman. Sejauh ini, pemanfaatan jerami padi sebagai pakan ternak baru mencapai 31-39 %, sedangkan yang dibakar atau dimanfaatkan sebagai pupuk 36-62% , dan sekitar 7-16% digunakan untuk keperluan industry (safan,2008). Peningkatan produksi padi juga diiringi peningkatan limbah jerami padi, sehingga jerami padi masih belum dimanfaatkan secara optimal.

Jerami padi adalah salah satu biomassa yang secara kimia merupakan senyawa berlignoselulosa. Menurut saha (2004) komponen terbesar penyusun jerami padi adalah selulosa (35-50%), hemiselulosa (20-35%) dan lignin (10-25%) dan zat lain penyusun jerami padi. Selulosa dalam bahan berlignoselulosa merupakan sumber karbon organik, sehingga bahan tersebut dapat menjadi bahan baku potensial untuk pembuatan biogas. Sedangkan lignin berfungsi memberi struktur dan melindungi dari degradasi. Struktur lignin yang kompleks menyebabkan komponen ini susah diuraikan dan menghalangi proses hidrolisis selulosa, sehingga dapat menurunkan yield biogas. Oleh karena itu, diperlukan perlakuan awal atau pretreatment untuk menghilangkan lignin. Perlakuan pretreatment dapat dilakukan secara fisik (penggilingan, pemanasan dengan uap, radiasi, radiasi atau pemanasan dengan udara kering), secara kimia (pelarut, larutan pengembang, gas SO₂) dan secara biologis dengan menggunakan mikroorganisme yang dapat menghidrolisi lignoselulosa (Vadiveloo et al.,2009)

Dalam penelitian ini akan dilakukan pembuatan biogas dari jerami yang telah diberikan perlakuan awal, yaitu dengan proses

thermal alkalin. Proses thermal alkalin dipilih karena dapat menurunkan kandungan lignin dan peningkatan kristalinitas, sehingga meningkatkan yield biogas (Liew, 2012). Proses thermal alkalin akan memutus rantai polisakarida karena perlakuan pemanasan dengan dibantu bahan kimia. Rantai polisakarida yang banyak terputus akan mempercepat proses pencernaan pada pembentukan biogas sehingga volume biogas yang terbentuk diharapkan akan semakin besar. Dengan perlakuan awal tersebut diharapkan proses fermentasi pembentukan biogas akan berjalan lebih cepat dan biogas yang dihasilkan akan menjadi lebih besar.

Penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh R. Chandra dkk, 2012, menunjukkan pretreatment jerami dengan 3% NaOH selama 120 jam pada 37 °C dan hidrothermal *pretreatment* diberikan selama 10 menit pada 200 °C. Jerami dengan *pretreatment* NaOH menghasilkan biogas 184,8 L/kg volatile solid dan 74,1 L/kg VS methane. *Pretreatment* Hidrothermal diikuti penambahan 5% NaOH menghasilkan biogas dan metana tertinggi yaitu 315,9 L/kg VS dan 132,7 L/kg VS. Jerami padi tanpa *pretreatment* menghasilkan biogas 140,0 L/kg volatile solid dan 59,8 L/kg VS metana. Dalam penelitian tersebut belum dilakukan analisa setelah preteatment sehingga perlu dilakukan analisa furfural, selulosa, lignin dan derajat kristalinitas setelah preteatment yang dapat mempengaruhi pembentukan biogas.

Dalam penelitian ini akan dimodifikasi menggunakan *pretreatment* hidrothermal dengan penambahan NaOH secara langsung. Penambahan NaOH akan mempercepat proses degradasi lignin di dalam jerami padi yang akan mempercepat proses hidrolisis polisakarida sehingga proses hidrothermal dapat dilakukan pada suhu yang lebih rendah dengan kebutuhan energi yang lebih kecil. Dengan cara demikian diharapkan volume biogas yang dihasilkan dari jerami padi akan dapat lebih ditingkatkan lagi.

I.2. Rumusan Masalah

Dari uraian latar belakang diatas, maka bisa dirumuskan permasalahan untuk penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana meningkatkan hasil degradasi jerami padi secara hidrothermal
2. Bagaimana hubungan antara fungsi operasi hidrothermal terhadap hasil pretreatment jerami padi

I.3. Tujuan Penelitian

1. Mengetahui hubungan suhu dan konsentrasi basa terhadap hasil pretreatment jerami padi
2. Menentukan kondisi operasi terbaik untuk mendapatkan hasil degradasi jerami padi pada proses pretreatment hidrothermal .

I.4. Manfaat Penelitian

1. Memanfaatkan jerami padi sebagai bahan baku pembuatan biogas.
2. Memanfaatkan limbah jerami padi sehingga mengurangi jumlah limbah padi yang terbuang.

I.4. Kebaruan Penelitian

1. Belum dilakukan analisa setelah preteatment sehingga perlu dilakukan analisa furfural, selulosa, hemiselulosa, lignin dan derajat kristalinitas setelah preteatment yang dapat mempengaruhi pembentukan biogas.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Bahan Baku

II.1.1 Jerami Padi

Jerami merupakan bagian vegetatif berupa batang, daun, dan tangkai dari tanaman padi. Jerami padi merupakan limbah pertanian terbesar di Indonesia, dengan ketersediaan sebesar 55 juta ton setahun yang tersebar sebagian besar di daerah Jawa Timur yaitu sebesar 31,27% (17,2 juta ton jerami padi), Jawa Tengah sebesar 23,79% (13,08 juta ton jerami padi), Jawa Barat sebesar 15,19% (8,35 juta ton jerami padi), Sulawesi Selatan sebesar 10,1% (5,55 juta ton jerami padi), dan di Nusa Tenggara barat sebesar 4,6% (2,53 juta ton jerami padi) (Syamsu,2006). Sekitar 30% jerami padi digunakan untuk beberapa kepentingan manusia berupa atap rumah, kandang, penutup tanah (mulsa), bahkan bahan bakar industry dan untuk pakan ternak (bila terpaksa) selebihnya dibuang atau dibakar yang tidak jarang akibatnya mengganggu keseimbangan lingkungan. Pemanfaatan jerami padi untuk pakan ternak di Indonesia berkisar antara 31-39% dikembalikan ke tanah sebagai pupuk (36-62%) dan sisanya berkisar 7-16% digunakan untuk industry. Produksi jerami padi di Indonesia juga merupakan salah satu yang terbesar. Pada tabel 3 berikut dapat dilihat data produksi jerami padi di berbagai Negara.

Tabel II.1 Data perkiraan produksi jerami di berbagai Negara

Negara	Luas panen (‘000 ha)	Produksi (‘000 ton)	Prakiraan Produksi Jerami (‘000 ton)
Cina	30.503	190.168	285.252
India	44.600	161.500	242.250
Indonesia	11.523	51.000	76.500
Bangladesh	10.700	35.821	53.732
Vietnam	7.655	32.554	48.831

Thailand	10.048	23.403	35.105
Myanmar	6.211	20.125	30.188
Filipina	4.037	12.415	18.623
Jepang	1.770	11.863	17.796
Brasil	3.672	11.168	16.752
Amerika	1.232	8.699	13.004
serikat	1.072	7.067	10.600
Korea selatan	2.312	7.000	10.500
Pakistan	1.550	4.030	6.045
Nepal	2.061	3.277	4.916
Nigeria			

Sumber: Maclean et al. (2002) di dalam Prajayana I.F (2011)

Jerami padi merupakan salah satu limbah pertanian yang paling besar di Indonesia dan harganya sangat murah. Kandungan selulosa jerami padi cukup tinggi yaitu mencapai 32.3-37.1 %, lignin 6.4-10% dan abu.

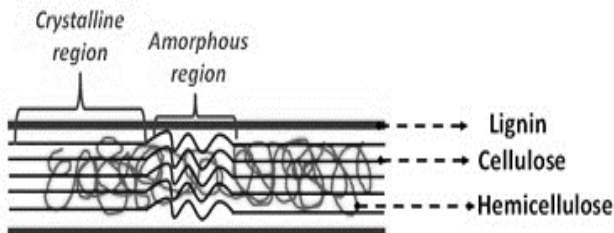
Tabel II.2 Karakteristik Jerami Padi

Parameter	Zilin Song, 2013	Xiaohua Chen, Y 2014, Yalei Zhang 2015	Jingqing Ye 2013	DongLi 2015	R. Chandra 2012	Yu Gu 2015	Angga Yuhistira A 2011
Moisture Content			6.28				10.20
Totalsolids (TSs)	95.8±3.6%		93.72%(w)	937.2 g/kg		97.3±0.3%	14.6 g/L
Volatilsolid (VS)	84±4.3%TS	85.7±0.4%TS	83.18%(w)	95.26 %TS	84.0%	86.3±0.5%TS	12.63 g/L
Carbon (C)	33.96±1.87%	41.7±0.1%TS	47.0%TS	38.19 %TS	41.0%	35.2±1.1%TS	41.18%TS
Nitrogen (N)	0.49±0.04%	0.6±0.0%TS	1.0%TS	0.80 %TS	0.74%	0.6±0.0%TS	0.69%TS
C/N ratio	69.31±3.64%	69.5±0.2%TS	47.0			58.6	
Ash		14.3±0.4%TS		4.74 %TS	16.0%		
Cellulose		30±1.1%TS	34.96%TS		38.9%		
Hemicelluloses		29.8±0.9%TS	16.7%TS		24.0%		
Lignin		6.5±0.4%TS	23.34%TS		5.6%		
Calorific value		14.79±0.1 MJ/kgTS (LCV)	1.58.10 ⁴ kJ/kg TS				

II.2 Bahan Berlignoselulosa

Jerami padi merupakan salah satu bahan berlignoselulosa. Bahan berlignoselulosa sebagian besar terdiri dari tiga jenis polimer yaitu selulosa, hemiselulosa, dan lignin, yang terkait satu

sama lain (Fengel dan Wegener, 1984). Selulosa memiliki sub unit D-Glukosa yang dihubungkan dengan ikatan β -1,4 glisidik (Fengel dan Wegener, 1984). Selulosa pada tanaman terdiri dari bagian-bagian dengan kristal terstruktur, dan bagian-bagian tidak terstruktur (*amorf*).



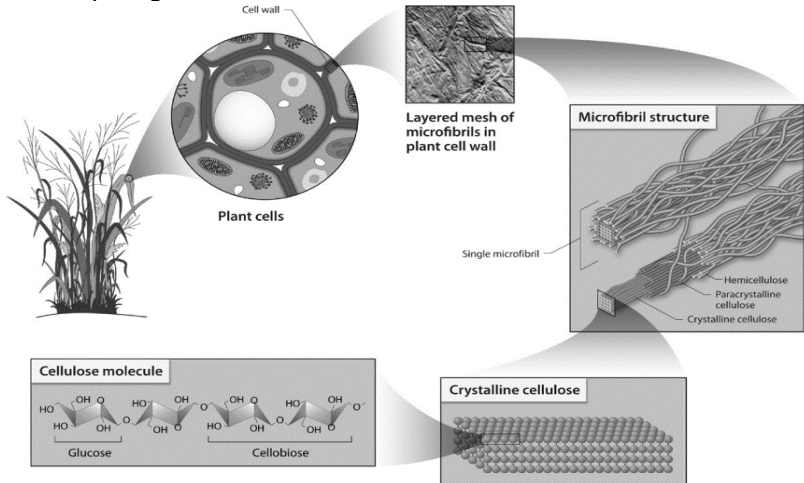
Gambar II.1 Struktur selulosa, hemiselulosa, dan lignin

Selain pretreatment mekanik, pretreatment secara kimiawi pada bahan baku dilakukan dengan tujuan menghancurkan ikatan lignin sehingga komponen hemiselulosa ataupun selulosa lebih mudah untuk didegradasi. Pretreatment kimiawi bahan baku dapat dilakukan melalui beberapa pretreatment diantaranya adalah *Diluted acid pretreatment*, *lime or alkaline pretreatment* dan *ammonia pretreatment* (Mosier dkk., 2005)

II.2.1 Selulosa

Selulosa adalah senyawa yang ditemukan pada dinding sel tumbuhan terutama pada tangkai, batang, dahan, dan semua bagian berkayu dari jaringan tumbuhan. Selulosa merupakan polisakarida struktural yang berfungsi untuk memberikan perlindungan, bentuk, dan penyangga terhadap sel, dan jaringan. (Brown dkk, 1996). Selulosa adalah homopolimer linier yang tersusun dari subunit D-glukosa yang ditautkan satu sama lain dengan ikatan β -1,4-glikosida, struktur kimia selulosa terdiri dari unsur C, O, H yang membentuk rumus molekul $(C_6H_{10}O_5)_n$. Unit penyusun selulosa adalah selobiosa karena unit keterulangan dalam molekul selulosa adalah 2 unit gula (D-glukosa). Satuan glukosa pada selulosa bervariasi sampai sebanyak 14.000 satuan yang terdapat sebagai

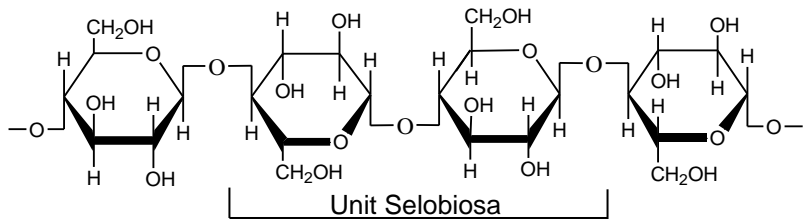
berkas-berkas terpuntir mirip tali, yang terikat satu sama lain oleh ikatan hidrogen. Suatu molekul selulosa merupakan polimer lurus dari 1,4'- β -D-glukosa. (Fessenden & Fessenden, 1982).



Gambar II.2 Struktur Selulosa dalam Dinding Sel Tanaman (US DOE, 2005)

Selulosa ($C_6H_{16}O_5$) $_n$ adalah bagian utama tanaman, berupa homopolisakarida dengan derajat polimerisasi n . Derajat polimerisasi untuk selulosa tumbuhan adalah 305 sampai 15.300 (Widjaja, 2009)

Selulosa berfungsi sebagai penguat pada tumbuhan, lignin untuk melindungi selulosa dari aksi kimia maupun biologis sedangkan hemiselulosa pengikat selulosa dengan lignin (Lee, 1992). Selulosa berupa polimer glukosa lignin hidrofilik yang dihubungkan oleh ikatan glikosida. Banyaknya satuan glukosa dapat bervariasi antara 15 sampai lebih dari 10.000 per molekul selulosa. Polimer selulosa terdiri dari bagian kristalin dan amorf. Bagian amorf mudah dihidrolisis sedangkan kristalin tidak mudah dihidrolisis baik secara kimiawi maupun enzimatik (Dahot dan Noomrio, 1996)

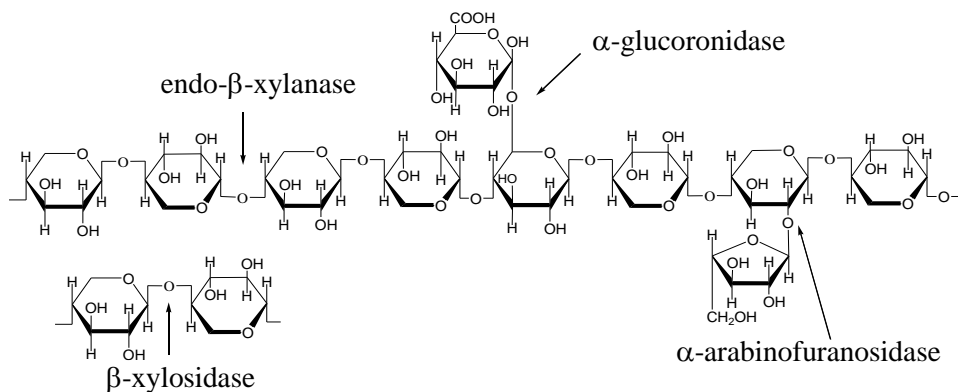


Gambar II.3 Struktur molekul selulosa (Widjaja, 2009)

II.2.2 Hemiselulosa

Hemiselulosa adalah struktur karbohidrat kompleks yang terdiri dari polimer yang berbeda seperti pentosa (seperti xilosa dan arabinosa), heksosa (seperti manosa, glukosa, dan galaktosa), dan asam gula. Komponen dominan hemiselulosa dari kayu keras dan tanaman pertanian, seperti rumput dan jerami adalah xilan, sementara untuk kayu lunak adalah glukomanan (Fengel dan Wegner, 1984; Saha, 2003).

Hemiselulosa berfungsi menghubungkan antara lignin dan serat selulosa dan membuat jaringan antara selulosa, hemiselulosa, dan lignin menjadi lebih kaku (Laureano-Perez dkk., 2002). Hemiselulosa adalah polimer dengan rantai yang relative lebih pendek dan bercabang, terdiri dari monomer-monomer seperti xilosa, arabinosa, glukosa, manosa, dan galaktosa dengan struktur *amorf* (Bailey dan Ollis, 1986). Hemiselulosa berfungsi sebagai pendukung dinding sel dan sebagai perekat. Struktur polimer hemiselulosa ditunjukkan oleh gambar II.4



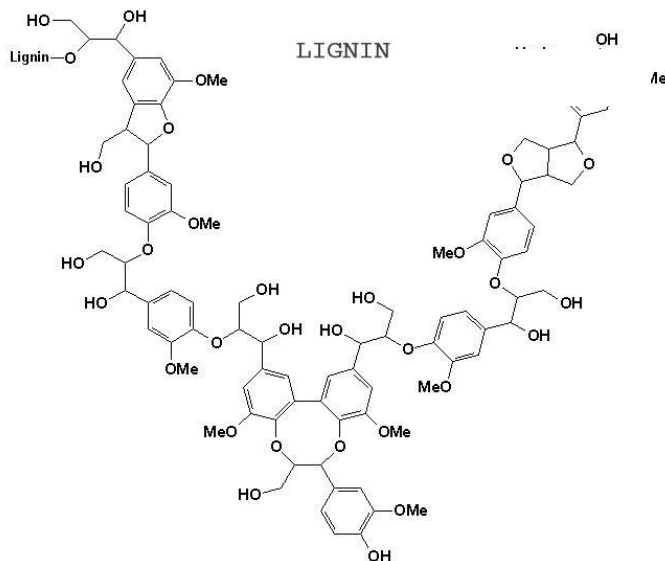
Gambar II.4 Struktur molekul hemiselulosa

Hemiselulosa berfungsi mendukung dalam dinding-dinding sel dan sebagai perekat. Dengan derajat polimerisasi hanya 200, maka hemiselulosa akan terdegradasi lebih dahulu daripada selulosa (Widjaja, 2009). Komponen utama hemiselulosa kayu lunak adalah glukomanan sedangkan komponen utama hemiselulosa kayu keras adalah xilan, xilan terikat pada selulosa, pektin, lignin dan polisakarida lainnya untuk membentuk dinding sel tanaman. Jumlah xilan di alam sangat besar dimana merupakan jumlah terbesar kedua setelah selulosa (Subramaniyan dan Prema, 2002).

II.2.3 Lignin

Lignin adalah salah satu polimer yang berlimpah di alam dan terdapat di dinding sel. Lignin sama seperti hemiselulosa, biasanya larut dalam air pada 180 °C dalam kondisi netral. Kelarutan lignin dalam kondisi asam, netral atau alkali tergantung pada prekursor (*p*-kumaril, koniferil, alkohol *synapil* atau kombinasi masing-masing) dari lignin.

Struktur kimia lignin cukup kompleks dan terdiri dari rantai panjang seperti selulosa. Lignin berfungsi untuk melindungi hemiselulosa dan selulosa dari aksi kimiawi.



Gambar II.5 Struktur molekul lignin

Dibandingkan dengan selulosa atau hemiselulosa, pemecahan lignin terjadi sangat lambat oleh jamur dan bakteri (Schlegel dan Hans, 1994). Lignin dapat dioksidasi oleh larutan alkali dan bahan oksidator lain serta tahan terhadap proses hidrolisis oleh asam-asam mineral tetapi mudah larut dalam larutan sulfit dalam keadaan biasa. Selulosa adalah penguat batang tanaman, lignoselulosa berfungsi melindungi selulosa dari kerusakan kimiawi dan biologis, sedangkan hemiselulosa adalah pengikat keduanya (Lee, 1992).

Lignoselulosa adalah polimer yang *amorf* dengan berat molekul yang besar dan struktur yang kompleks. Lignoselulosa lebih tahan terhadap serangan jamur, bakteri dan proses hidrolisis oleh asam (Widjaja, 2009).

II.3 Pengolahan Jerami Padi

Proses degradasi bahan berlignoselulosa dari limbah pertanian salah satunya pada bahan jerami padi, dipengaruhi oleh

komposisi substrat limbah, selulosa dan ukuran partikel. Proses pretreatment diperlukan untuk mempermudah degradasi selulosa sehingga senyawa-senyawa kompleks mudah dihidrolisis secara anaerobik untuk menghasilkan metana. Proses *pretreatment* yang dilakukan adalah secara mekanis, kimiawi dan biologis.

Pretreatment mekanis yang dipakai adalah *grinding*. Beberapa *pretreatment* bahan diantaranya adalah *pretreatment* dengan menggunakan etanol dan *pretreatment* dengan menggunakan NaOH. *Pretreatment thermal* dilakukan dengan *wet oxidation* (Fox dan Noike, 2004). *Pretreatment* bertujuan untuk menghancurkan ikatan lignin sehingga komponen hemiselulosa dan selulosa lebih mudah didegradasi.

Tabel II.3 Efek *pretreatment* pada alterasi struktur dan komposisi biomassa lignoselulosa

Pretreatment	Peningkatan aksesibilitas surface area	Dekristalinisasi selulosa	Solubilisasi hemiselulosa	Solubilisasi lignin	Alterasi struktur lignin	Formasi furfural/ hydroxyl methylfurfural (HMF)
Mechanical	+	+				
Irradiation	+	-	-			-
Steam-Explosion	+		+		+	+
Liquid Hot water	+	ND	+	-	-	+
Catalyzed steam-explosion	+		+	+/-	+	-
Acid	+		+	-	+	-
Alkaline	+	ND		+/-		
Oxidative	+	+	-			
Ionic liquid	+	ND	+			+
Thermal Acid	+	ND	-	+/-	+	-
Thermal alkaline	+	ND	-	+/-	+	-
Thermal Oxidative	+	+	-	+	+	-
Ammonia fiber explosion	+	ND	+	+	+	
Biological pretreatment						

+ ' major effect - ' minor effect ND= not determined blank= no effect. Sumber : Hendriks dan Zeeman (2009)

II.3.1 Proses *Pretreatment* Secara Mekanik

Dekomposisi bahan organik yang mengandung selulosa, hemiselulosa dan lignin berlangsung sangat lambat. (Taherzadeh dan Karimi, 2008) menyatakan untuk mempercepat proses degradasi bahan organik mengandung lignoselulosa perlu dilakukan *pretreatment* bahan baku. (Sidiras dan Koukios, 1989) menunjukkan bahwa untuk menurunkan kristalinitas dengan penggilingan bahan jerami dengan sejumlah kecil gula akan memudahkan hidrolisis. (Jin dan Chen, 2006) meneliti jerami padi dipotong 5-8 cm kemudian dimasak dengan *steam* 220°C selama 5 menit akan meningkatkan *yield* gula dan hidrolisis enzimatis.

II.3.2 Proses *Pretreatment* Secara Kimia (Menggunakan Senyawa Alkali)

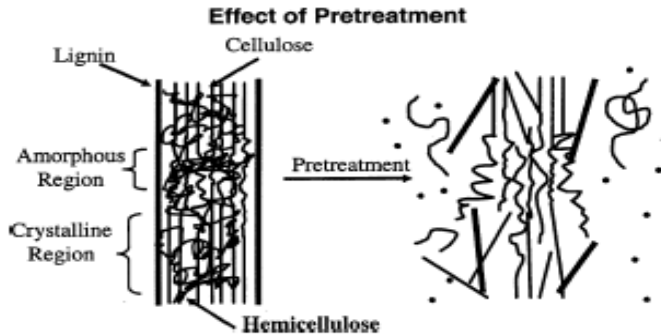
Pada *pretreatment* kimia, proses *pretreatment* alkali lebih murah daripada *pretreatment* dengan asam dan dapat menghasilkan degradasi selulosa yang lebih rendah dan degradasi lignin yang lebih tinggi. Natrium hidroksida, kapur (kalsium hidroksida) dan amonia yang umum dan efisien digunakan sebagai *pretreatment* agen (Hendriks, 2009). Penurunan kristalinitas secara umum dapat meningkatkan produksi biogas akan tetapi sebaliknya hal tersebut juga bisa terjadi (Salehian, 2013). He dkk. dan Chen dkk. Menemukan bahwa *pretreatment* dengan NaOH pada jerami padi dapat menurunkan kandungan lignin dan meningkatkan *yield* biogas, sedangkan kristalinitas dari selulosa meningkat dan bentuk Kristal selulosa tidak berubah. Pada umumnya, penurunan kandungan lignin dapat meningkatkan *yield* biogas. Fernandes dkk dan Liew dkk. Mengindikasikan bahwa biodegradabilitas dari biomassa lignoselulosa meningkat seiring dengan penurunan kandungan lignin. Hal tersebut juga terjadi pada *pretreatment* thermo-lime dapat meningkatkan *yield* biogas karena kapur dapat melarutkan lignin (Fernandes, 2009).

Tabel II.4 Perbandingan antara *Pretreatment* Asam dan *Pretreatment* Basa

Asam	Basa
Tidak menurunkan lignin secara signifikan	Menurunkan lignin secara signifikan
Membutuhkan energi yang besar karena membutuhkan temperatur yang tinggi (100-230 °C)	Berjalan pada temperatur rendah (60-100 °C)
Asam	Basa
Penurunan kadar hemiselulosa lebih tinggi dibandingkan lignin	Penurunan kadar lignin lebih tinggi dibandingkan hemiselulosa
Menghasilkan produk samping berupa asam asetat dan furfural	Tidak menghasilkan produk samping
Menyebabkan korosif dan limbah yang toxic	Lebih ramah lingkungan

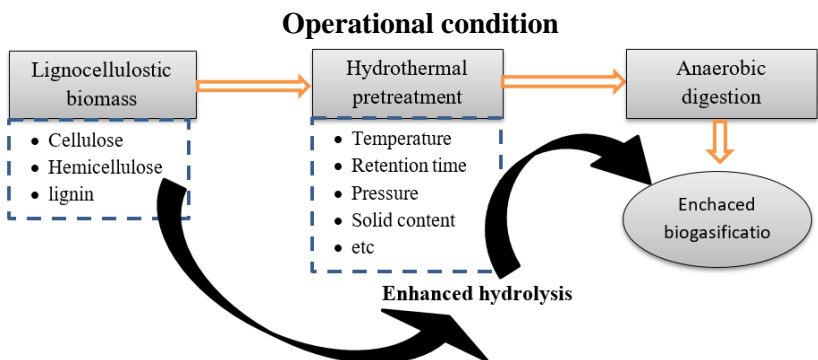
(Rocha, 2011)

Dari Tabel II.4 diatas dapat disimpulkan bahwa *pretreatment* dengan menggunakan basa lebih menguntungkan daripada menggunakan asam, maka digunakan NaOH sebagai *pretreatment* secara kimiawi sehingga komponen lignin rusak dan selanjutnya komponen selulosa maupun hemiselulosa menjadi lebih mudah didegradasi menghasilkan gula (Douglas dan George, 1988) seperti yang ditunjukkan pada gambar II.6 di bawah berikut.



Gambar II.6 Skema proses *Pretreatment*

II.4 Hydrothermal *Pretreatment*



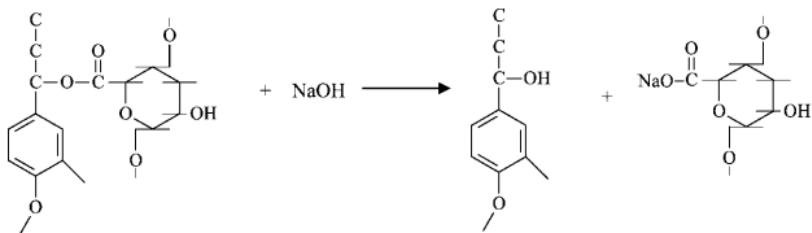
Gambar II.7 Skema proses *Hydrothermal pretreatment*

Pada umumnya, pretreatment untuk bahan lignoselulosa dapat dibagi menjadi kimia, fisik, fisik-kimia dan biologis methods. berbagai teknologi pretreatment seperti penggilingan, *microwave*, *steam explosion*, *ammonia fiber explosion* (AFEX), *irradiation*, *supercritical CO₂*, *Hydrolisis alkaline*, *Hydrothermal*

pretreatment (HTP), Organosolv process, telah banyak di eksplorasi untuk proses biomassa. Di antara pretreatment tersebut, *Hydrothermal pretreatment (HTP)* merupakan proses yang ramah lingkungan dan lebih mudah. HTP dapat meningkatkan luas permukaan biomassa dan menurunkan kristalinitas selulosa, sehingga meningkatkan aksesibilitas untuk enzyme. Selain itu HTP juga dapat memecah ikatan lignin untuk penguraian hemiselulosa. Kombinasi dari HTP dan delignifikasi NaOH dapat mengurangi kadar lignin sebesar 86% pada jerami gandum (Chen H, dkk, 2016)

II.4.1 NaOH Pretreatment

Salah satu alkali yang bisa digunakan untuk prtreatment antara lain NaOH dan Ca(OH)_2 . Dapat meningkatkan yield glukosa sebesar 85% (Hamelinck, 2003). Pretreatment merupakan Perubahan komposisi struktur fisik dan kimia karakteristik biomassa jerami terjadi selama proses pretreatment alkali. Perubahan meliputi pembengkakan serat, penurunan lignin dengan karbohidrat, dan terjadi degradasi pelarutan lignin.(Chen H, dkk, 2005) Lignin, selulosa, dan hemiselulosa adalah komposisi utama jerami padi, sebesar 69% jerami padi kering merupakan sumber utama karbon untuk anaerobic mikroorganisme. (He, YF, dkk 2008)



Gambar II.8 Skema kompleks karbohidrat lignin bereaksi dengan NaOH (He YF, dkk 2008)

II.5 Hasil Penelitian Sebelumnya

Hasil penelitian sebelumnya yang mendasari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. R. Chandra, H. dkk pada tahun 2012, melakukan penelitian tentang pretreatment kimia dan biologi jerami jagung untuk produksi biogas melalui pencernaan anaerobik. Dalam penelitian ini, menggunakan efek pretreatments jerami jagung menggunakan Jamur *Pleurotus florida* dan bahan kimia seperti NaOH, amonia, dan urea pada biogasifikasi kinerja oleh pencernaan anaerobik yang dibandingkan. setelah perlakuan yang berbeda, isi komposisi jerami jagung seperti lignin, selulosa, dan hemiselulosa akan terdegradasi signifikan, dan struktur fisik lignoselulosa matriks juga berubah. Substrat jerami gandum tanpa treatment telah menghasilkan produksi spesifik metana dan biogas 78,4 L/kg VSa dan 188,4 L/kg VSa. Produksi spesifik metana dan biogas dari pretreatment NaOH menghasilkan 165,9 L/kg VSa dan 353,2L/kg VSa. Pretreatment hodrotermal jerami gandum telah menghasilkan produksi spesifik metana dan biogas 94,2 L/kg VSadan 205,7 L/kg VSa. Pretreatment NaOH memproduksi biogas 87,5% lebih tinggi dibandingkan dengan jerami gandum yang tanpa pretreatment. Mengakibatkan peningkatan 9,2% dalam produksi biogas dan 20,0% dalam produksi metana dibandingkan dengan substrat jerami gandum yang tanpa di treatment.
2. He, YF, dkk pada tahun 2008, meneliti tentang pengaruh perubahan komposisi utama ekstraksi pada jerami padi dengan Sodium Hidroksida untuk produksi biogas. Dalam penelitian ini menggunakan NaOH sebagai pretreatment jerami padi. Masing-masing variable yang digunakan adalah sebesar (4%, 6%, 8%, dan 10%) dengan liter yang berbeda-beda (35, 50, 65, dan 80 g/L). Hasil penelitian menunjukkan kenaikan bahwa, jerami yang di treatment menghasilkan 3,2%

- 58,1% biogas. Daripada jerami tanpa treatment. Sedangkan hemiselulosa, selulosa, dan lignin banyak yang terdegradasi. Dari penelitian ini didapat kesimpulan bahwa pretreatment dengan NaOH adalah salah satu metode yang efisien untuk meningkatkan produksi biogas dari jerami.

3. He, YF, dkk, (2008) melakukan penelitian untuk mengeksplorasi mekanisme hasil peningkatan biogas. Komposisi kimia dari jerami padi yang diolah sebelumnya pertama kali dianalisis dengan Fourier transform inframerah (FTIR), hidrogen-1 nuklir magnetic resonance spectroscopy (^1H NMR), difraksi sinar-X (XRD), dan permeasi gas kromatografi (GPC) yang kemudian digunakan untuk meneliti perubahan struktur kimia dan karakteristik fisik lignin, hemiselulosa, dan selulosa. Hasil penelitian menunjukkan bahwa hasil biogas dari 6% jerami padi yang di treatment dengan NaOH meningkat sebesar 27,3-64,5%. Peningkatan hasil biogas disebabkan biodegradasi dari jerami padi melalui NaOH pretreatment. Degradasi 16,4% selulosa, 36,8% hemiselulosa, dan 28,4% lignin, sedangkan zat yang larut dalam air meningkat oleh 122,5%. Ikatan ester kompleks lignin-karbohidrat (LCC) dihancurkan melalui reaksi hidrolisis, sehingga melepaskan selulosa untuk produksi biogas. Keterkaitan interunits dan kelompok fungsional lignin, selulosa, dan hemiselulosa yang baik dihancurkan, yang menyebabkan perubahan struktur kimia. Lignin asli dengan berat molekul besar dan struktur jaringan tiga dimensi menjadi satu dengan berat badan dan linear struktur molekul kecil setelah pretreatment NaOH. Kristal selulosa tidak jelas berubah, tetapi kristalinitas selulosa meningkat. Perubahan komposisi kimia, struktur kimia, dan karakteristik fisik jerami padi dibuat lebih tersedia dan biodegradable. Sehingga bisa meningkatkan hasil biogas.

4. Koullas D.P, dkk (1992) melakukan penelitian tentang efek dari delignifikasi basa pada sakarifikasi jerami gandum dengan enzim selulase dari strain *fusarium Oxysporum*. Proses dilakukan dalam dua kondisi yaitu suhu panas (120 °C). Pada kondisi panas NaOH yang ditambahkan masing-masing 0%, 2%, 4%, 6%, 8%, dan 10% dengan waktu 30 menit. Pada konsentrasi NaOH 10% didapat kadar lignin terendah yaitu 4,3% sedangkan kadar selulosa dan hemiselulosa masing-masing 37,5% dan 15%. Kadar selulosa tertinggi didapat pada konsentrasi NaOH 4% dengan kadar selulosa, hemiselulosa dan lignin masing-masing sebesar 44,6% 15,4% dan 14,5%.
5. Lutfiana dan Winda (2011) melakukan penelitian tentang hidrolisis jerami padi secara enzimatik dengan pretreatment basa untuk produksi hydrogen. Pada pretreatment basa digunakan NaOH dengan variable 1%, 2%, dan 4%, variable suhu 60 °C dan 80 °C, serta variable lama waktu pretreatment 8 jam dan 16 jam. Dari hasil penelitian untuk pretreatment basa dengan NaOH paling optimal dilakukan dengan konsentrasi 4% pada suhu 80 °C selama 8 jam yang menunjukkan peningkatan kadar selulosa lebih dari 70%. Kondisi optimal untuk hidrolisa adalah pada suhu 60 °C dan pH 3 dengan hasil konsentrasi gula reduksi tertinggi yang dihasilkan hingga 10,898 g/L.

BAB III

METODE PENELITIAN

III.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Teknologi Biokimia, Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya pada bulan September 2016 - Januari 2017

III.2 Bahan dan Alat

III.2.1 Bahan Penelitian

Bahan penelitian ini menggunakan limbah jerami padi yang diambil dari kawasan persawahan desa simoangin-angin, kecamatan Wonoayu, kabupaten Sidoarjo. Diambil pada masa panen bulan April 2016. Jerami padi yang diambil kemudian dikeringkan dengan sinar matahari dan kemudian disimpan dalam karung plastik tanpa perlakuan tambahan untuk digunakan sebagai bahan baku penelitian

III.2.2 Alat Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah

1. Peralatan autoclave untuk operasi hydrothermal dengan spesifikasi :
 - Diameter : 8 inch
 - Tinggi : 45 cm
 - Volume : 14.58578 Liter
 - Bahan konstruksi : steanles steel
 - Peralatan penunjang : valve pembuangan, valve relief, barometer, thermometer, thermokopel, electric heater, PID temperature controller
2. Peralatan untuk analisa hasil :
 - Spectrophotometer* (Cecil CE 1011, Inggris), *Incubator* (Incucell carbolit, Jerman), *Oven* (VWR Scientific S/P 1350 G-2, Amerika) *Micropipette* (Socorex Isba S.A, Swiss), *Kondensor*, *XRD*

III.3 Variabel Penelitian

Variable penelitian ini menggunakan Suhu dan konsentrasi NaOH pada pretreatment jerami. Penelitian ini dilakukan dengan pretreatment pada suhu 100°C, 120°C dan 140°C, dengan konsentrasi NaOH 3%, 5% dan 10%.

III.4 Tahapan Metode Penelitian

III.4.1 Tahap *Pretreatment* jerami padi secara mekanik

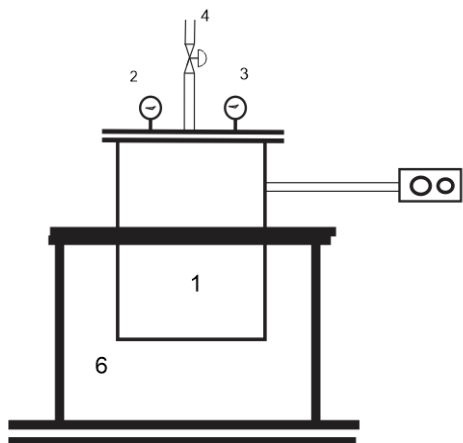
Pretreatment mekanik jerami padi dilakukan dengan penggilingan menggunakan knife mill menjadi 5 cm. Mesin penggiling knife mill dapat digunakan untuk menggiling biomassa kering dengan moisture content hingga 10-15% (Zheng, 2014). Pretreatment ini dilakukan agar memudahkan substrat untuk dimasukkan ke dalam digester. Dalam penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Menardo (2011), pretreatment mekanik pada jerami padi dengan ukuran 5, 2, 0.5, dan 0.2 cm, tidak menunjukkan peningkatan yield biogas yang signifikan.

III.4.2 Tahap *Pretreatment* Kimia (Hidrothermal dan NaOH)

1. Sebanyak 200 gr jerami yang telah dikecilkan menjadi ukuran ± 5 cm dengan Mesin penggiling knife mill
2. Jerami direndam dalam air selama 6 jam, agar kandungan airnya merata. Kemudian jerami ditiriskan
3. Jerami yang sudah ditiriskan dimasukkan ke dalam autoclave untuk proses hydrothermal.
4. Setelah jerami dimasukkan ditambahkan larutan NaOH sesuai variable yang sudah ditentukan. Sehingga perbandingan kandungan air dan jerami adalah 5 : 1, dan kadar NaOH masing-masing 3%, 5% dan 7% sesuai variabel.
5. Menyalakan pemanas autoclave dan mengaktifkan PID controller sehingga suhu terjaga pada temperatur 100°C, 120°C, 140°C selama 2 jam.
6. Setelah proses pretreatment selesai, Padatan jerami dan filtrat hasil pretreatment dipisahkan. Padatan jerami dikeringkan

dengan oven untuk kemudian dilakukan analisa kadar furfural, selulosa, hemiselulosa dan lignin. Sedangkan filtrat hasil pretreatment dilakukan analisa DNS untuk mengetahui kandungan gula reduksi.

- a. Analisa selulosa, hemiselulosa dan lignin digunakan metode analisa Chesson-Datta
 - b. Analisa derajat kristalinitas analisa XRD (*X-Ray Diffraction*)
7. Prosedur diulang dengan variabel suhu dan konsentrasi NaOH yang berbeda



Keterangan Gambar :

1. Tangki autoclave
2. Pengukur suhu
3. Pengukur tekanan
4. Valve ventilasi dan relief
5. PID controller
6. Penyangga

Gambar III.1 Autoclave Proses Hidrotermal

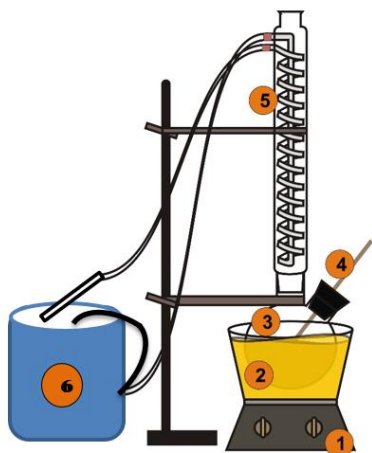
III.5 Prosedur Analisa kadar lignoselulosa dengan Metode Chesson-Datta (Datta 1981)

Metode analisa Chesson merupakan analisis komposisi kimia dari lignoselulosa dilakukan mengikuti referensi dari Datta, tahun 1981. Metode ini adalah analisis gravimetri setiap komponen setelah dihidrolisis atau dilarutkan. Tahapan langkahnya adalah: pertama, mengilangkan kandungan ekstraktif (dalam metode ini disebut *Hot Water Soluble (HWS)*), kemudian hidrolisis

hemiselulosa dengan menggunakan asam kuat tanpa pemanasan, dilanjutkan dengan hidrolisis menggunakan asam encer pada suhu tinggi. Bagian terakhir yang tidak larut adalah lignin. Kandungan lignin dikoreksi dengan kandungan abu.

Metode analisa Chesson adalah, satu gram jerami yang sudah di haluskan (berat a) ditambahkan 150 ml H₂O dan refluks pada suhu 100 °C dengan *waterbath* selama 1 jam. Kemudian hasilnya disaring dengan kertas saring. Residu kemudian dikeringkan dengan oven pada suhu 60 °C sampai beratnya konstan dan ditimbang (berat b). Kemudian residu ditambahkan 150 H₂SO₄ 1 N dan direfluks dengan *waterbath* selama 1 jam pada suhu 100 °C. Hasilnya kemudian disaring dan dicuci sampai netral (dengan air biasa sebanyak 300 ml) dan residunya dikeringkan hingga beratnya konstan dan ditimbang (berat c). Residu kering ditambahkan 10 ml H₂SO₄ 72% dan dibiarkan pada suhu kamar selama 4 jam. Kemudian ditambahkan 150 ml H₂SO₄ 1 N dan direfluks pada suhu 100 °C dengan *waterbath* selama 1 jam pada pendingin balik kemudian residu disaring dan dicuci dengan H₂O sampai netral. Setelah itu residu dipanaskan dengan oven pada suhu 60°C sampai beratnya konstan dan ditimbang (berat d). Selanjutnya residu diabukan dan ditimbang (berat e). Cara mengetahui kadar Selulosa, Hemiselulosa, dan Lignin, dengan menggunakan persamaan berikut,

$$\begin{aligned} \text{Kadar Selulosa} &= \frac{[c-d]}{a} \times 100\% \\ \text{Kadar Hemiselulosa} &= \frac{[b-c]}{a} \times 100\% \\ \text{Kadar Lignin} &= \frac{[d-e]}{a} \times 100\% \end{aligned}$$



Keterangan :

1. Hotplate Stirrer
2. *Oil bath*
3. Labu Leher 2
4. Termometer
5. Kondensor Reflux
6. Bak air pendingin

Gambar III.2 Rangkaian Alat analisa *Chesson-Datta*

III.6 Prosedur Analisa Gula Reduksi dengan Metode DNS

III.6.1 Pembuatan Buffer Sitrat 0,1 M Ph 5,5

Pada pembuatan buffer sitrat 0,1 M dengan Ph 5,5, langkah-langkahnya adalah 5,7 gram asam sitrat dimasukkan ke Erlenmeyer dan ditambah 20,67 gram sodium sitrat. Selanjutnya asam sitrat dan sodium sitrat dilarutkan dengan aquades sampai 1000 ml. pH larutan buffer diatur dengan ditambah NaOH 0,1 M atau H_2SO_4 0,1 M hingga pH larutan buffer menjadi 5,5

III.6.2 Pembuatan Larutan DNS (Asam Dinitrosalisilat) (Widjaja, 2009)

Sebanyak 16 gr NaOH dilarutkan menggunakan aquades sampai volume 200 ml aquades. Sebanyak 30 gr sodium potassium tartrate dan 8 gr sodium metabisulfit dilarutkan dengan aquades sampai volume 500 ml. Sebanyak 10 gr DNS dilarutkan menggunakan larutan NaOH sebanyak 200 mL. Kemudian larutan DNS ditambahkan kedalam larutan sodium potassium tartrate dan sodium metabisulfit, kemudian ditambah dengan aquadest sampai

volumenya tepat 1000 mL. Larutan diaduk sampai benar-benar terlarut sempurna.

III.6.3 Pembuatan Kurva Standar Glukosa

Pada pembuatan kurva standar glukosa, pertama-pertama adalah membuat larutan induk glukosa. Langkah-langkahnya adalah 0,367 gram glukosa dimasukkan beker gelas, kemudian ditambahkan buffer sitrat hingga 100 mL. langkah selanjutnya adalah membuat larutan induk glukosa dengan cara pengenceran dengan perbandingan sebagai berikut, (0:5 ; 1:4 ; 2:3 ; 3:2 ; 4:1 ; 5:0) dan membuat larutan glukosa 0 ml – 5 ml juga membuat larutan buffer sitrat 5ml – 0 m. selanjutnya 0,2 ml diambil pada tiap konsentrasi dan ditambah 1,8 ml akuades. Selanjutnya dilakukan inkubasi pada suhu 35°C selama 10 menit. Setelah itu ditambahkan 3 ml DNS dan dihomogenkan dengan vortex agar tercampur rata. Setelah homogen dipanaskan selama 10 menit pada air mendidih dan didinginkan dengan air es selama 10 menit. Terakhir diukur absorbansi dengan panjang gelombang 540 nm. Kemudian plot konsentrasi glukosa dengan absorbansinya.

III.6.4 Analisa DNS

Analisa konsentrasi gula reduksi pada filtrat hasil pretreatment digunakan metode DNS. Dalam analisa DNS diperlukan kurva standar glukosa. Kurva standar glukosa didapatkan dengan memplot konsentrasi glukosa dengan absorbansi spektrofotometer. Konsentrasi induk glukosa yang digunakan yaitu 0.367 gram glukosa yang dilarutkan ke dalam 100 ml buffer sitrat pH 5,5. Kemudian larutan induk diencerkan dengan buffer sitrat pH 5,5 (0:5; 1:4; 2:3; 3:2; 4:1; 5:0), larutan tersebut diambil 0,2 ml dan ditambahkan dengan aquades 1,8 ml dan diinkubasi selama 10 menit pada suhu 35 °C. Setelah diinkubasi larutan ditambahkan 3 ml DNS, kemudian dipanaskan dengan air mendidih selama 10 menit dan didinginkan dengan air es selama 10 menit. Setelah itu dapat diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer dengan panjang gelombang 540 nm.

III.7 Analisa XRD (*X-Ray Diffraction*)

XRD merupakan teknik analisis mengidentifikasi dan menentukan bentuk-bentuk berbagai Kristal, Identifikasi diperoleh dengan membandingkan pola difraksi dengan sinar-X.

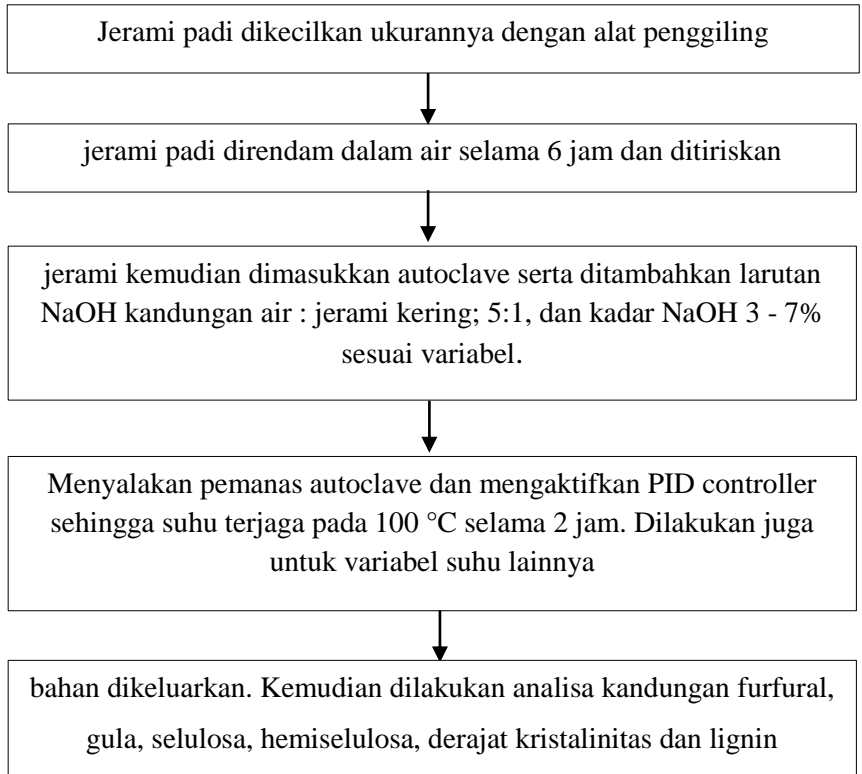
Prinsip dari alat XRD (X-ray powder diffraction) adalah sinar X yang dihasilkan dari suatu sample tertentu memiliki panjang gelombang tertentu, sehingga dengan variasi besar sudut pantulan akan terjadi pantulan elastis yang dapat dideteksi. Maka menurut Hukum Bragg jarak antar bidang atom dapat dihitung dengan data difraksi yang dihasilkan pada besar sudut – sudut tertentu.

XRD terdiri dari tiga bagian utama, yaitu tabung sinar-X (sumber monokromatis), tempat obyek yang diteliti (chamber), dan detektor sinar-X. Sinar-X dihasilkan oleh tabung sinar-X yang berisi katoda. Dengan memanaskan filamen di dalamnya akan dihasilkan elektron yang gerakannya dipercepat dengan memberikan beda potensial antara katoda dan anoda. Sinar-X yang dihasilkan akan bergerak dan menembaki obyek yang berada dalam chamber. Ketika menabrak elektron dalam obyek, dihasilkan pancaran sinar-X. Obyek dan detector berputar untuk menangkap dan merekam intensitas dari pantulan sinar-X. Selanjutnya, detektor merekam dan memproses sinyal sinar-X dan mengolahnya dalam bentuk grafik.

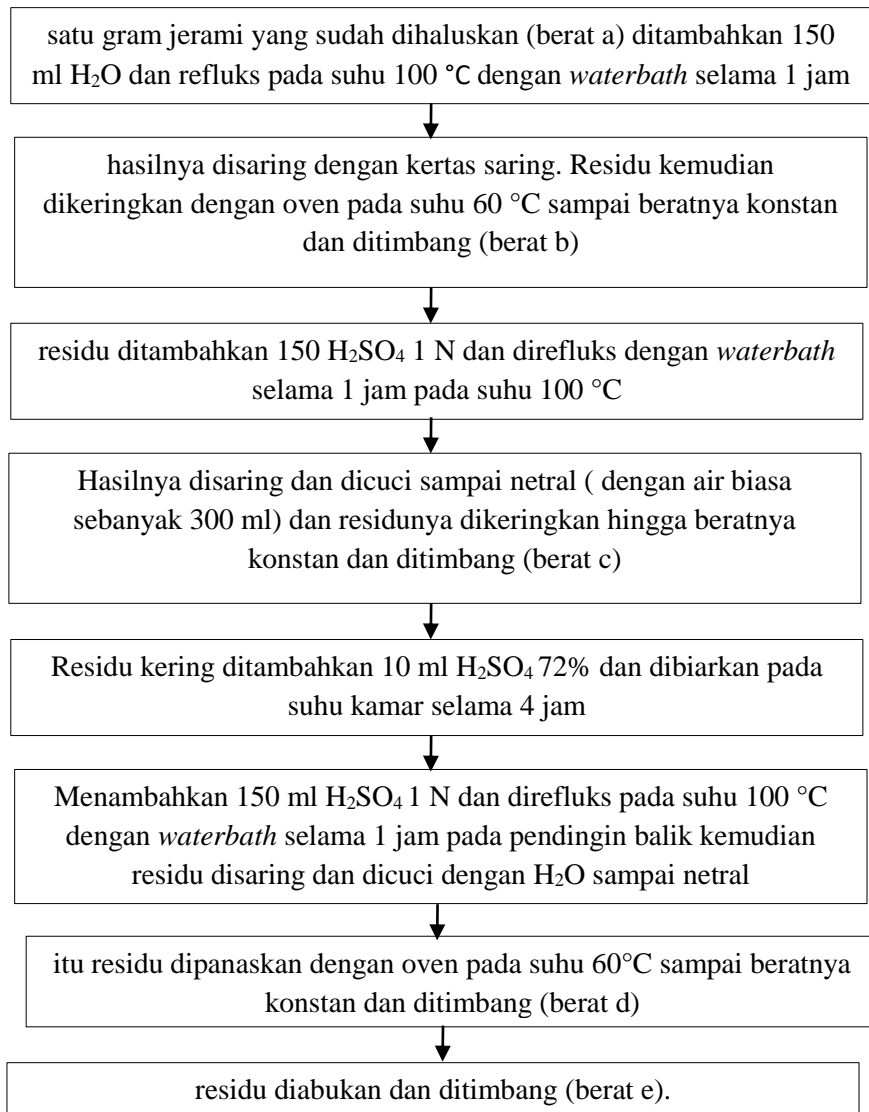
Uji XRD dilakukan dengan menggunakan difraktometer type Philips PW3050 dilengkapi dengan perangkat software APD (Automatic Powder Diffraction) dan menggunakan tabung anod Cu dengan panjang gelombang 1,54 Å.

III.8 Diagram Alir Penelitian

III.8.1 Pretreatment jerami padi



III.8.2 Prosedur Analisa kadar lignoselulosa dengan Metode Chesson-Datta (Datta 1981)



III.8.3 Prosedur Analisa Gula Reduksi

III.8.3.1 Pembuatan Buffer Sitrat 0,1 M Ph 5,5

adalah 5,7 gram asam sitrat dimasukkan ke Erlenmeyer dan ditambah 20,67 gram sodium sitrat.

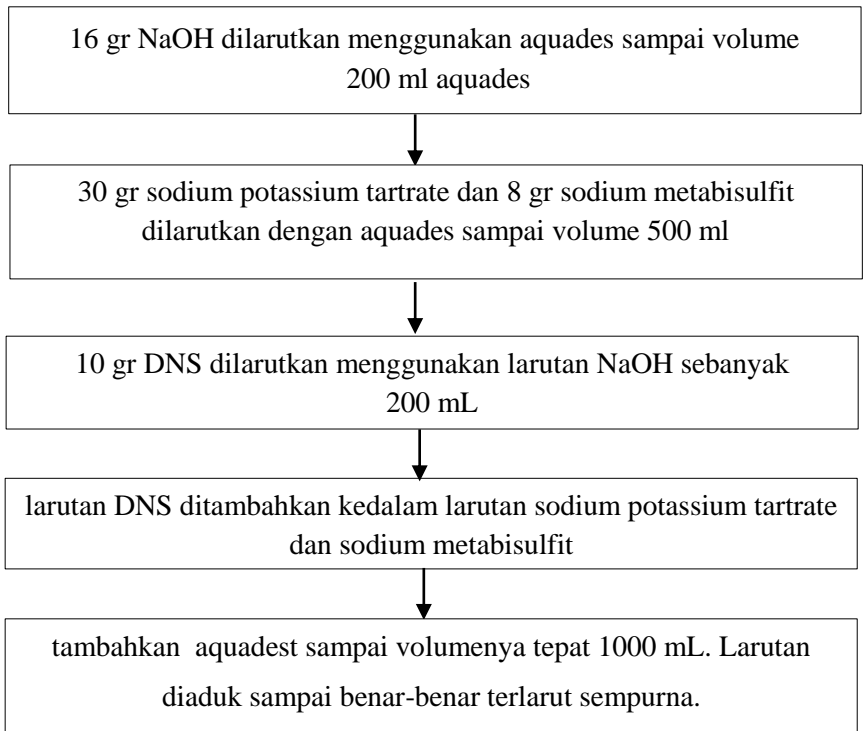


asam sitrat dan sodium sitrat dilarutkan dengan aquades sampai 1000 ml.

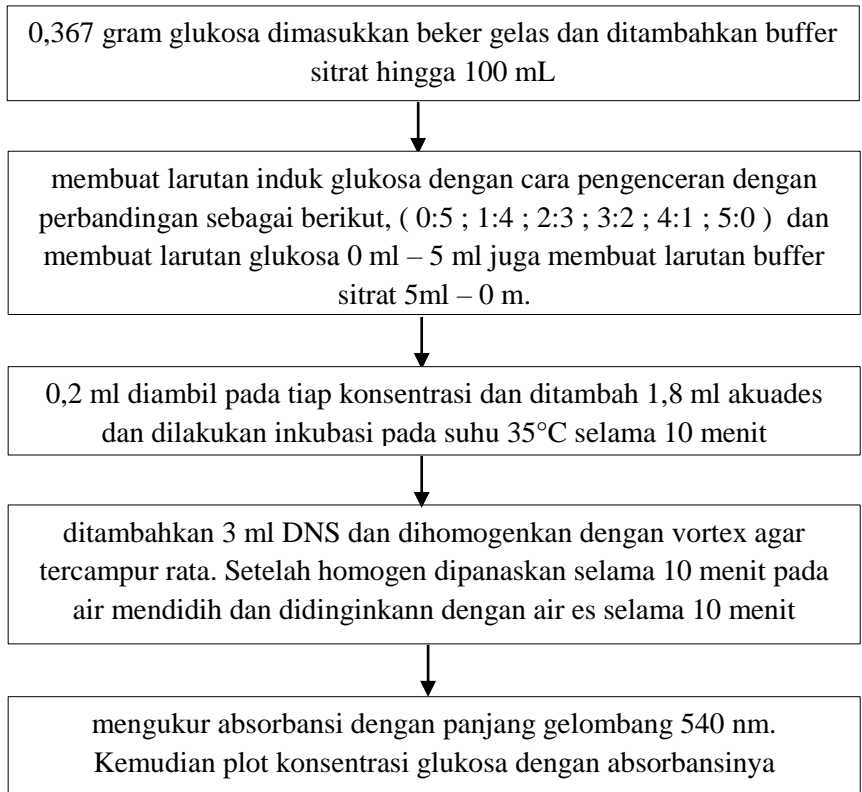


pH larutan buffer diatur dengan ditambah NaOH 0,1 M atau H₂SO₄ 0,1 M hingga pH larutan buffer menjadi 5,5

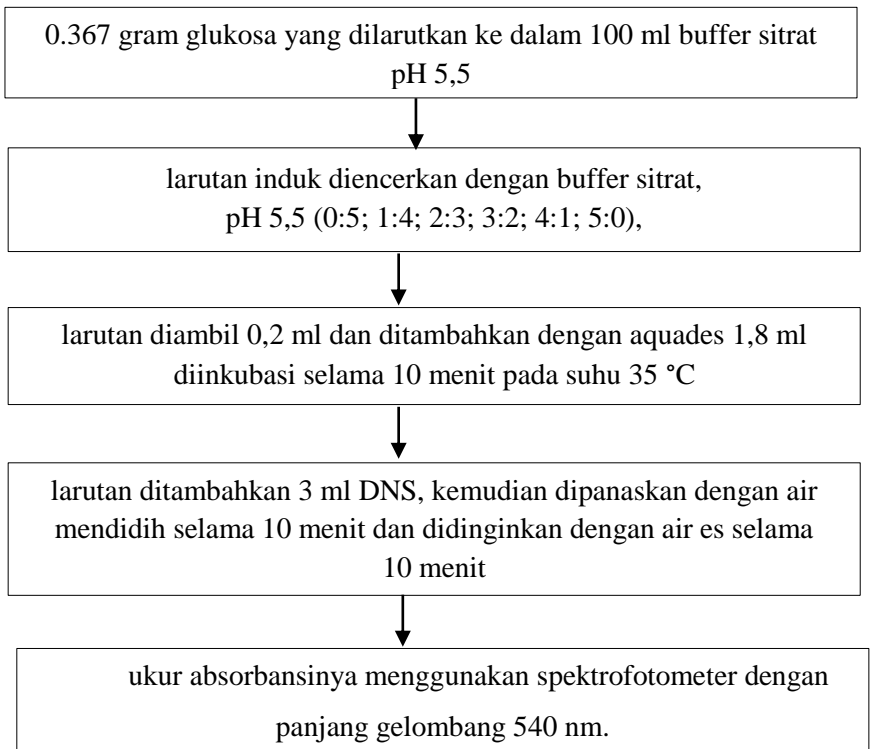
III.8.3.2 Pembuatan Larutan DNS (Asam Dinitrosalisilat) (Widjaja, 2009)



III.8.3.3 Pembuatan Kurva Standar Glukosa



III.8.3.4 Analisa DNS



BAB IV

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kondisi operasi terbaik pada proses *pretreatment* hidrothermal dan NaOH jerami padi untuk bahan baku biogas. Tahapan *pretreatment* dilakukan dalam tahapan berikut:

1. Tahap *pretreatment* mekanik dengan penggilingan jerami padi menggunakan *knife mill* menjadi ukuran 5 cm
2. Tahap *pretreatment* hidrothermal dan alkali pada suhu 100, 120, 140 °C, dan NaOH 3%, 5% dan 7%
3. Tahap pengujian kadar lignin, selulosa, hemiselulosa

IV.1 *Pretreatment* Mekanik

Pretreatment mekanik dilakukan agar memudahkan penanganan bahan untuk proses selanjutnya (Zheng, 2014), sehingga bahan dapat lebih mudah untuk dimasukkan ke dalam digester. Proses *pretreatment* ini, mesin penggiling *knife mill* digunakan untuk menggiling biomassa kering dengan *moisture content* hingga 10-15% (Zheng, 2014). Penggilingan jerami dengan *knife mill* berpengaruh terhadap volume jerami padi di *autoclave* daripada pemotongan dengan gunting, hal tersebut dikarenakan dengan penggilingan menjadikan jerami terpotong dan berbentuk serabut. Dalam penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Menardo dkk. (2011), *pretreatment* mekanik pada jerami padi dengan ukuran 5, 2, 0.5, dan 0.2 cm, tidak menunjukkan peningkatan *yield* biogas yang signifikan. Sehingga pada penelitian ini dipilih ukuran jerami padi dengan ukuran 5 cm. Setelah penggilingan mekanis jerami menjadi berukuran lebih pendek dan serabut-serabutnya banyak terurai. Penampakan fisik jerami padi setelah dilakukan *pretreatment* mekanik dapat dilihat pada gambar IV.1 berikut:

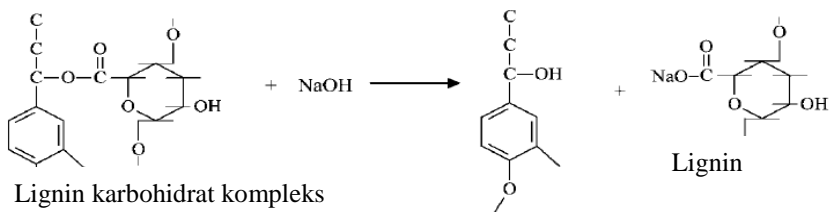


Gambar IV.1 Jerami padi setelah dilakukan penggilingan

IV.2 *Pretreatment* Hidrothermal dan NaOH

Pretreatment jerami secara hidrothermal dan NaOH bertujuan untuk menghilangkan ikatan lignin pada jerami padi yang bersifat kokoh sehingga dapat menghalangi bakteri pengurai untuk mencerna selulosa dan hemiselulosa. Pada *pretreatment* ini digunakan alkali NaOH dan pemanasan suhu 100, 120 dan 140 °C.

Pada proses hidrothermal, rasio liquid/solid dapat dilakukan pada 2- 40 gram air/ gram material, tetapi biasanya dilakukan pada 8-10 g/g (Pandey, 2014). Sehingga pada *pretreatment* ini digunakan 8 g air/ TS jerami padi. Sedangkan NaOH pada *pretreatment* ini berfungsi untuk memecah ikatan lignin dan ikatan glikosidik pada polisakarida sehingga dapat menurunkan derajat kristalinitas (Shindu, 2015). Reaksi lignin karbohidrat kompleks jerami padi dengan NaOH yang terjadi selama proses *pretreatment* ini seperti pada gambar IV.2 berikut:



Gambar IV.2 Skema reaksi lignin karbohidrat kompleks dengan NaOH (He dkk., 2008)

Gambar IV.2 di atas menunjukkan bahwa jerami padi yang berupa senyawa lignin karbohidrat kompleks yang bereaksi dengan NaOH. Reaksi tersebut berdampak terhadap ikatan ester antara lignin dengan karbohidrat (selulosa dan hemiselulosa) dan dapat melepaskan selulosa dan hemiselulosa dengan proses hidrolisis ikatan ester antara lignin dengan selulosa atau hemiselulosa. Hal tersebut menjadikan lebih banyak selulosa terbuka dan siap untuk proses *anaerobic digestion*.

Data awal kandungan jerami padi sebelum dilakukan *pretreatment* hidrothermal dan NaOH seperti pada tabel IV.1 berikut:

Tabel IV.1 Komponen Kimia Jerami Padi Sebelum *Pretreatment* Hidrothermal dan NaOH

Komponen	Kandungan (%)
Selulosa	29,06
Hemiselulosa	30,82
Lignin	11,53
Kadar Air	7,81
Kadar abu	2,28
Volatile solid	89,91
Total solid (TS)	92,19

Penampakan fisik setelah dilakukan *pretreatment*, warna jerami berubah menjadi kecoklatan, terlihat lebih lunak, dan

lembek berair, serta jika dipegang akan mudah putus. Penampakan jerami setelah *pretreatment* dapat dilihat pada gambar IV.3 berikut:



Gambar IV.3 Perbedaan penampakan jerami padi sebelum (kanan) dan setelah (kiri) *pretreatment* hidrotermal dan NaOH

Sedangkan filtrat hasil *pretreatment* yang dipisahkan berwarna coklat tua seperti pada gambar IV.4 berikut:



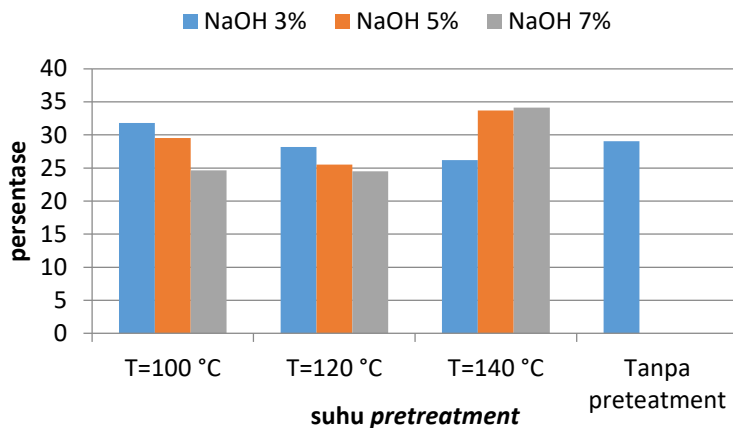
Gambar IV.4 Filtrat hasil *pretreatment* hidrotermal dan NaOH

IV.3 Analisa Selulosa, Hemiselulosa dan Lignin

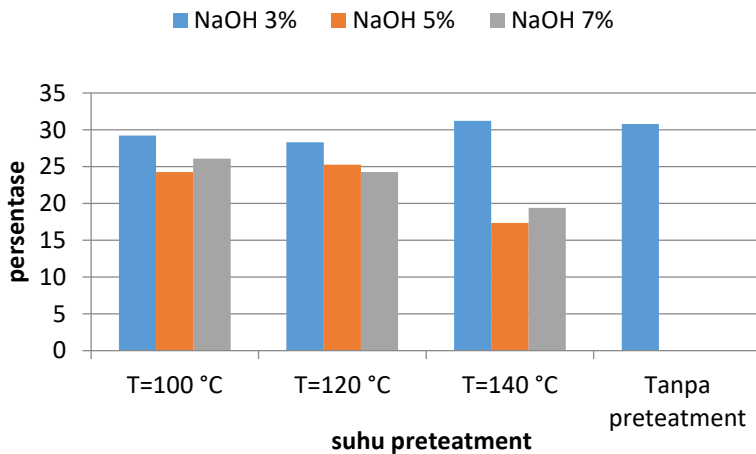
Analisa kadar selulosa, hemiselulosa dan lignin digunakan metode chesson (Datta, 1981). Hasil analisa kadar selulosa, hemiselulosa dan lignin dengan metode Datta (1981) sebelum dan setelah preteatment seperti pada table IV.1 dan grafik kadar selulosa, hemiselulosa dan lignin pada gambar IV.5-7.

Tabel IV.2 Kadar Selulosa, Hemiselulosa dan Lignin Jerami Padi Sebelum dan Setelah *Preteatment*

Treatment	Selulosa (%)	Hemiselulosa (%)	Lignin (%)	Delignifikasi (%)
Tanpa preteatment	29,06	30,82	11,53	
NaOH 3%, T=100 °C	31,81	29,25	10,04	12,92
NaOH 5%, T=100 °C	29,52	24,27	9,93	13,83
NaOH 7%, T=100 °C	24,64	26,08	9,01	21,81
NaOH 3%, T=120 °C	28,81	28,73	9,58	16,91
NaOH 5%, T=120 °C	29,20	27,24	8,13	29,44
NaOH 7%, T=120 °C	24,52	24,25	9,11	21,03
NaOH 3%, T=140 °C	26,19	31,25	9,44	18,17
NaOH 5%, T=140 °C	33,69	17,33	6,69	41,97
NaOH 7%, T=140 °C	34,13	19,40	6,33	45,05

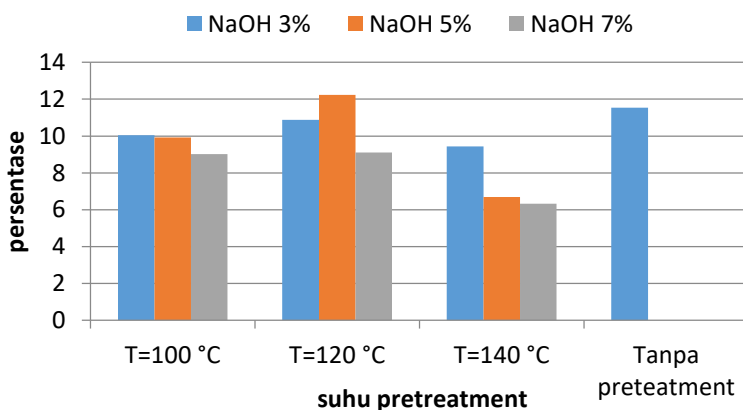


Gambar IV.5 Grafik kandungan selulosa sebelum dan setelah *pretreatment*



Gambar IV.6 Grafik kandungan hemiselulosa sebelum dan setelah *pretreatment*

Dari gambar IV.4 menunjukkan kandungan selulosa setelah *pretreatment* pada suhu 100 dan 120 °C terdapat kecenderungan penurunan kandungan selulosa seiring dengan naiknya konsentrasi NaOH, sedangkan pada suhu 140 °C terjadi peningkatan kandungan selulosa seiring dengan naiknya konsentrasi NaOH. Hasil penelitian terdahulu yang dilakukan Sambusiti dkk. (2013) pada sorghum dengan *pretreatment* NaOH konsentrasi 4 dan 10 % pada suhu 55 °C selama 12 jam, menunjukkan kecenderungan penurunan kadar selulosa setelah dilakukan *pretreatment* dari 35% menjadi 20%, hal ini menunjukkan bahwa terjadinya reaksi senyawa lignin karbohidrat kompleks jerami padi dengan NaOH yang menyebabkan terlepasnya selulosa kemudian terlarut dalam air. Dalam penelitian ini juga terjadi penurunan kadar selulosa pada suhu 100 dan 120 °C, yang diindikasikan adanya pelarutan selulosa dalam air, sehingga kandungan selulosa dipadatan jerami mengalami penurunan. Sedangkan pada suhu 140 °C, terjadi peningkatan kandungan selulosa pada padatan jerami padi dikarenakan semakin banyaknya hemiselulosa dan lignin yang terlarut, sehingga secara keseluruhan perbandingan kadar selulosa dengan hemiselulosa dan lignin dalam padatan menjadi naik.



Gambar IV.7 Grafik kandungan lignin sebelum dan setelah *pretreatment*

Pada tabel IV.2 dan gambar IV.5-7 menunjukkan kandungan selulosa, hemiselulosa dan lignin sebelum dan setelah *preatment*. Proses *preatment* hidrothermal dan alkali pada jerami padi menunjukkan kelarutan kandungan lignin tertinggi yaitu pada *preatment* dengan NaOH 7% (b/b TS jerami) dan suhu 140 °C selama 2 jam yaitu dari 11,53% pada jerami padi tanpa *preatment* menjadi 6,33% setelah *preatment*. Dan pada kondisi yang sama juga terjadi peningkatan kandungan selulosa paling signifikan yaitu dari 29,06 menjadi 34,13%. Sedangkan kelarutan kandungan hemiselulosa tertinggi terjadi pada konsentrasi 5% NaOH, 140 °C dengan penurunan hemiselulosa dari 30,82 menjadi 17,33%.

Untuk membandingkan dengan penelitian terdahulu maka diperlukan perhitungan persen delignifikasi, hal ini disebabkan kandungan kadar selulosa, hemiselulosa dan lignin jerami padi terdapat beberapa perbedaan. Persen delignifikasi dapat di hitung menggunakan persamaan berikut:

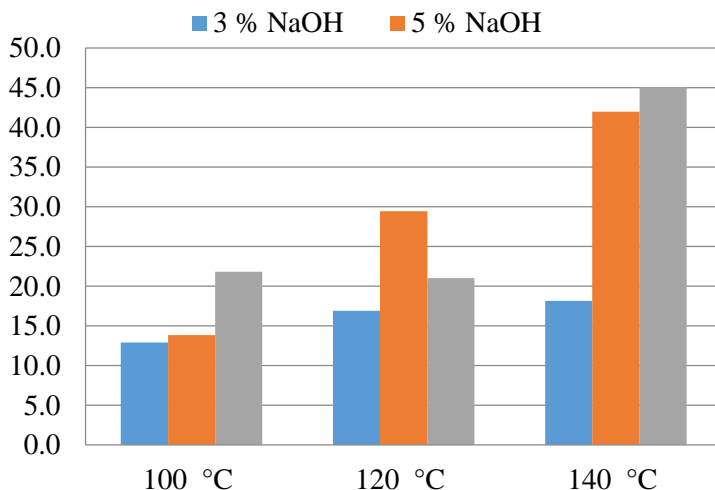
$$\text{Delignifikasi (\%)} = 1 - (L / L_0)$$

Dengan:

L = persen lignin jerami setelah *preatment*

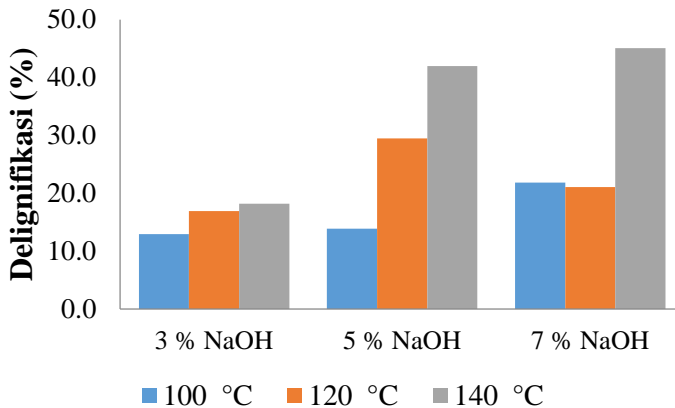
L₀ = persen lignin jerami tanpa *preatment*

Grafik hubungan delignifikasi dengan konsentrasi NaOH dan suhu dapat dilihat pada gambar IV.8 Dan IV.9.



Gambar IV.8 Grafik hubungan delignifikasi dengan suhu *pretreatment*

Dari gambar di atas pada suhu 100 °C dan 140 °C terjadi peningkatan delignifikasi seiring dengan peningkatan konsentrasi NaOH, sedangkan pada suhu 120 °C terjadi peningkatan delignifikasi pada konsentrasi 5% NaOH dan turun pada konsentrasi 7 % NaOH. Hal tersebut diketahui bahwa peningkatan delignifikasi meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi NaOH.



Gambar IV.9 Grafik hubungan delignifikasi dengan konsentrasi NaOH saat *pretreatment*

Grafik hubungan persen delignifikasi dengan konsentrasi NaOH di atas, diketahui bahwa peningkatan delignifikasi meningkat seiring dengan meningkatnya suhu *pretreatment*, hal tersebut terjadi hampir pada semua konsentrasi NaOH, akan tetapi pada konsentrasi 7% NaOH terjadi sedikit penurunan delignifikasi pada suhu 120 °C, dan meningkat lagi pada suhu 140 °C. Kenaikan persen delignifikasi yang paling signifikan terjadi pada konsentrasi 5% NaOH seiring dengan kenaikan suhu, sedangkan kenaikan delignifikasi pada konsentrasi 3% NaOH tidak terlalu signifikan.

Dari penelitian terdahulu yang dilakukan Cheng dkk. (2010) pada suhu 55 °C dengan NaOH 4% selama 3 jam dihasilkan delignifikasi sebesar 23,1%. Sedangkan penelitian yang dilakukan oleh Imman dkk. (2014) pada suhu 140 °C dengan 0,25% NaOH (b/v) dan tekanan 25 bar terjadi penurunan lignin dari 24,4 menjadi 11,3% dengan delignifikasi sebesar 53,68%. Jika dibandingkan penelitian ini maka pelarutan lignin lebih kecil, dan kandungan selulosa setelah *pretreatment* pada penelitian ini tidak mengalami peningkatan yang signifikan seperti pada penelitian Imman dkk. (2014), akan tetapi hemiselulosa yang terlarut lebih kecil, hal ini

dapat disebabkan oleh adanya perbedaan tekanan, pada penelitian ini saat suhu 140 °C pada pressure gauge menunjukkan tekanan 2 bar sedangkan penelitian oleh Imman dilakukan pada tekanan 25 bar. Sehingga dari perbandingan tersebut dapat diketahui bahwa kenaikan tekanan dapat meningkatkan kelarutan lignin dan hemiselulosa (du dkk. 2011).

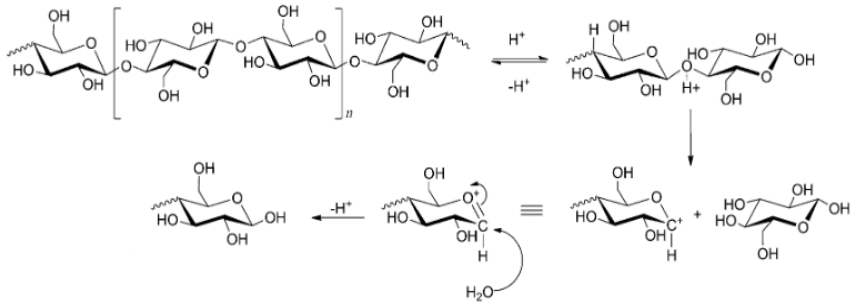
Sedangkan penelitian yang dilakukan oleh Menardo dkk. (2011) pada jerami padi ukuran 5 cm dengan preatreatment hidrothermal pada suhu 120 °C terjadi pelarutan lignin dengan delignifikasi 9,63 %, lebih kecil daripada penelitian ini menggunakan NaOH 3 % pada suhu yang sama yaitu terjadi delignifikasi sebesar 16,91 %. Hal tersebut menunjukkan bahwa penambahan NaOH pada proses hidrothermal berpengaruh terhadap pelarutan lignin yang lebih besar.

Tabel IV.3 Perbandingan Komposisi Jerami padi setelah preatreatment dengan Penelitian terdahulu

No	Peneliti	Jenis Preatreatment	Kondisi Operasi	Hasil
1.	Cheng dkk. 2010	NaOH 4%	55 °C, 3 jam, 5 g air/g jerami	Delignifikasi 23,1%
2.	Imman dkk. 2014	NaOH 0,25 (b/v)	140 °C, 25 bar, 10 menit, 10 ml air/ gr jerami	Selulosa 35,8% → 55,8% Hemiselulosa 21,5 → 7,1% Lignin 24,4 → 11,3%
2.	Menardo dkk. 2012	Hidrothermal	120 °C, 30 menit 20% TS	Selulosa 33,5 → 38,8% Hemiselulosa 35,1 → 31,8% Lignin 8,3 → 7,5%
3.	He, Y.F. dkk. 2009	NaOH 10%	20 °C, 3 minggu, 80% kadar air	Selulosa dari 7,4 → 4,2% Hemiselulosa 28,2 → 13,1% Lignin dari 7,4 → 4,2%
4.	Shu, C.H.	NaOH 1,5 M	30 °C,	Selulosa 81,12

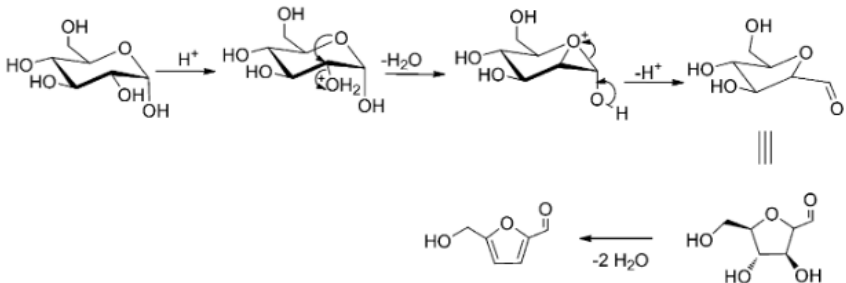
IV.4 Gula Reduksi

Analisa konsentrasi gula reduksi pada filtrat hasil pretreatment digunakan metode DNS. Gula reduksi yang dihasilkan selama proses pretreatment yaitu dari terhidrolisisnya sebagian hemiselulosa dan selulosa yang terlarut menjadi monomer gula (Imman dkk. 2014). Reaksi terbentuknya gula reduksi dari hidrolisis selulosa yaitu seperti pada gambar IV.10 berikut:



Gambar IV.10 Mekanisme reaksi hidrolisis selulosa
(Dee, 2011)

Sedangkan mekanisme reaksi degradasi glukosa lebih lanjut menjadi 5-HMF seperti pada gambar IV.11 berikut:



Gambar IV.11 Mekanisme reaksi pembentukan 5-HMF
(Dee, 2011)

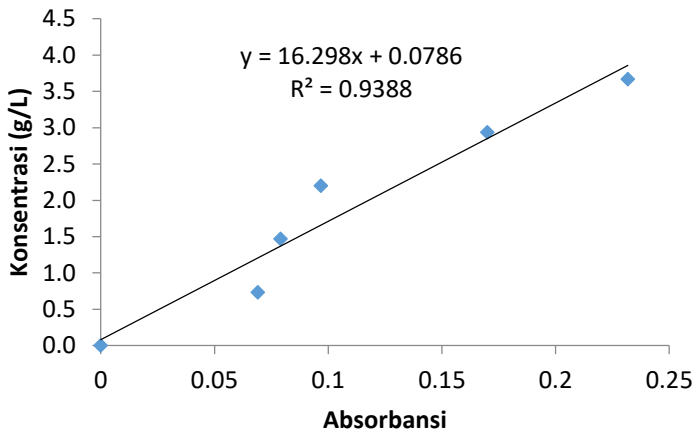
Dalam analisa DNS diperlukan kurva standar glukosa. Kurva standar glukosa didapatkan dengan memplot konsentrasi glukosa

dengan absorbansi spektrofotometer. Perhitungan kurva standar glukosa seperti pada tabel IV.4 berikut:

Tabel IV.4 Perhitungan Kurva Standar Glukosa untuk Menguji Gula Reduksi

<u>Larutan</u> <u>Glukosa</u> <u>(ml)</u>	<u>Buffer</u> <u>sitrat</u>	<u>Diambil</u> <u>(ml)</u>	<u>Aquades</u> <u>(ml)</u>	<u>Volum</u> <u>Total</u> <u>(ml)</u>	<u>Konsentrasi</u> <u>Di tabung</u> <u>(g/liter)</u>	<u>Absorbansi</u>
0	5	0,2	1,8	5	0	0
1	4	0,2	1,8	5	0.734	0.0303
2	3	0,2	1,8	5	1.468	0.0730
3	2	0,2	1,8	5	2.202	0.1350
4	1	0,2	1,8	5	2.936	0.1750
5	0	0,2	1,8	5	3.670	0.2397

Dari data tabel di atas dapat dibuat kurva standar glukosa dengan memplot data konsentrasi glukosa dalam tabung sebagai sumbu y dan data absorbansi sebagai sumbu x. Ditarik regresi linier sehingga didapatkan persamaan garis linier. Grafik kurva standar glukosa untuk analisa gula reduksi dalam filtrat hasil pretreatment seperti pada gambar IV.12 berikut:



Gambar IV.12 Kurva standar glukosa untuk menguji konsentrasi gula reduksi

Dari gambar IV.12 Didapatkan persamaan regresi linier $y = 16.298x + 0.0786$ dengan $y =$ konsentrasi gula (gram/l) dan x sebagai absorbansi. Slope dari persamaan tersebut berfungsi sebagai data konversi dari absorbansi menjadi absorbansi konsentrasi gula.

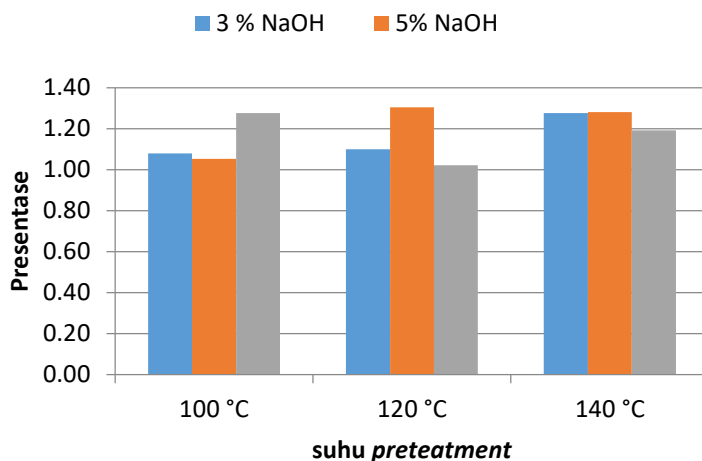
Yield gula reduksi pada filtrat hasil pretreatment dihitung dengan persamaan berikut:

$$\text{Yield (\%)} = \frac{\text{Konsentrasi gula reduksi } \left(\frac{g}{l}\right) \times \text{volume filtrat (l)}}{\text{berat jerami sebelum pretreatment (g)}} \times 100\%$$

Hasil analisa gula reduksi dengan DNS setelah pretreatment seperti pada tabel IV.5 dan gambar IV.14 berikut:

Tabel IV.5 Konsentrasi dan Yield Gula Reduksi pada Filtrat Hasil Pretreatment

<u>NaOH</u> (%)	<u>T</u> (°C)	<u>Volume</u> (ml)	<u>Absorbansi</u>	<u>Konsentrasi</u> (g/l)	<u>Yield</u> (%)
3	100	664	0,1997	0,0108	1,08
	120	600	0,2250	0,0110	1,10
	140	672	0,2330	0,0128	1,28
5	100	610	0,2120	0,0105	1,05
	120	618	0,2590	0,0130	1,30
	140	572	0,2750	0,0128	1,28
7	100	612	0,2560	0,0128	1,28
	120	570	0,2200	0,0102	1,02
	140	628	0,2330	0,0119	1,19



Gambar IV.13 Grafik Gula Reduksi Di Filtrat Hasil pretreatment

Dari tabel IV.5 dan gambar IV.13 diketahui bahwa pada konsentrasi 3% NaOH kenaikan yield glukosa dalam filtrat hasil pretreatment semakin naik seiringan dengan naiknya suhu, sedangkan pada konsentrasi 5 dan 7 % NaOH yield gula reduksi

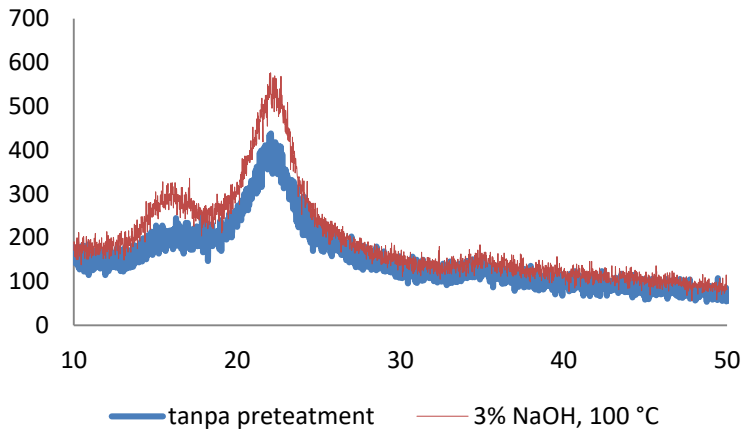
terdapat penurunan seiring dengan naiknya suhu, hal tersebut dapat diakibatkan oleh terjadi degradasi gula reduksi menjadi furfural. Dari penelitian ini didapatkan yield gula reduksi tertinggi yaitu pada suhu 120 °C dan konsentrasi NaOH 5% dengan yield gula reduksi sebesar 1,3%.

Perbandingan dengan penelitian terdahulu yang dilakukan oleh Imman dkk. (2014) pada jerami padi dengan kondisi operasi 140 °C, 25 bar dan 0,25 % NaOH (b/v) selama 5, 10 dan 20 menit sehingga didapatkan grafik hubungan yield glukosa dengan furfural, diketahui bahwa yield glukosa semakin turun seiring dengan bertambahnya waktu dan furfural yang terbentuk semakin naik.

Semakin tinggi kadar gula reduksi yang terbentuk maka akan semakin mudah dicerna oleh mikroorganisme pembentuk biogas. Sedangkan terbentuknya furfural selama preteatment dapat menyebabkan penurunan yield gula reduksi sehingga dapat berpengaruh terhadap yield biogas.

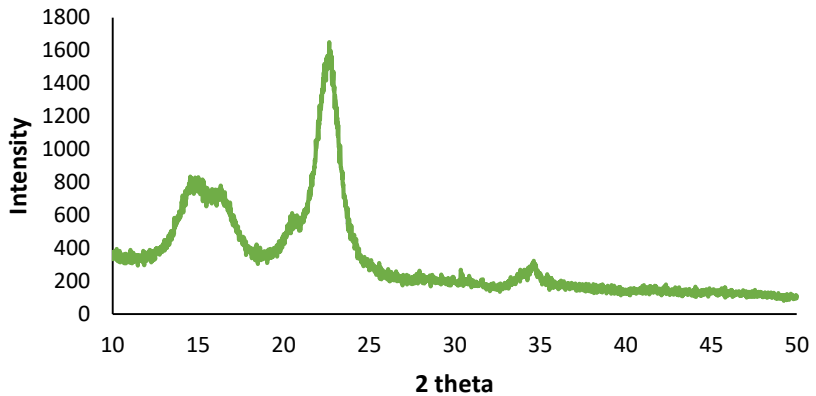
IV.5 Analisa Kristalinitas Selulosa dengan XRD

Selulosa merupakan polimer dengan kristal dan amorf. Material yang terdapat struktur kristal dapat didifraksi dengan sinar X, sehingga dapat digunakan untuk mengetahui struktur selulosa. Index kristalinitas (CrI) merupakan rasio antara luas area kristalin dengan luas area total kristalin dan amorf. Senyawa amorf yang dihilangkan selama preteatment berupa lignin dan hemiselulosa, sehingga meninggalkan fraksi kristal dan menjadikan kenaikan index kristalinitas (Haque dkk. 2012). Grafik analisa data XRD tanpa pretreatment dan setelah pretreatment pada suhu 100 °C dengan konsentrasi NaOH 3% ditunjukkan dalam gambar IV.14. Hasil analisa XRD untuk variable lainnya dapat dilihat pada lampiran laporan ini.



Gambar IV.14 Grafik hasil analisa xrd jerami padi sebelum dan setelah pretreatment

Hasil XRD dari gambar IV.14 di atas menunjukkan kristalinitas total dari keseluruhan komponen yang terkandung di dalam jerami padi (selulosa, hemiselulosa, lignin, dan lain-lain). Beberapa grafik XRD tersebut terlihat memiliki kemiripan dengan hasil XRD dari selulosa murni (*micro crystalline cellulose*) yang dilaporkan oleh Yusnica dkk. (2014) pada gambar IV.15, hal ini menunjukkan bahwa selulosa merupakan komponen utama dalam jerami padi tersebut.



Gambar IV.15 Grafik Analisa XRD dari selulosa murni
(*micro crystalline cellulose*)

Persamaan yang digunakan dalam penentuan *Crystalline Index* dengan menggunakan metode luas area (Poletto dkk. 2012) adalah sebagai berikut :

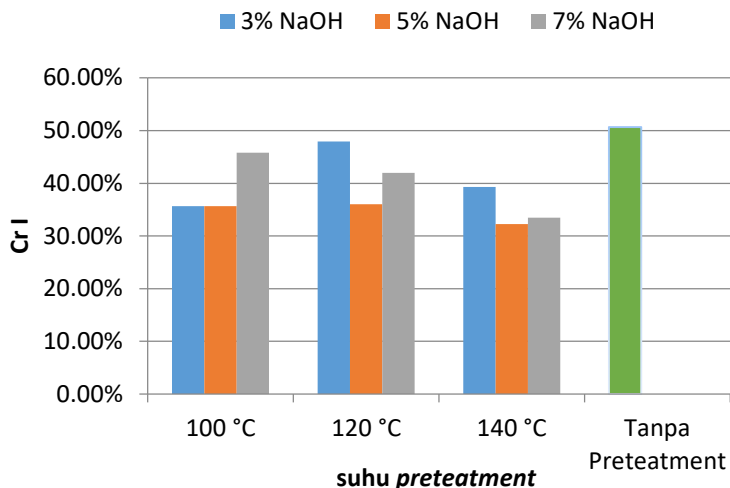
$$Cr.I = \frac{A_{cryst}}{A_{total}}$$

Dengan :

A_{cryst} = Luas total area kristal

A_{total} = Luas total area kristal dan amorf

Sehingga didapatkan Crystallinity index (CrI) sebelum dan setelah pre-treatment pada gambar IV.16 berikut:



Gambar IV.16 Grafik Index Kristalinitas Jerami Padi Sebelum dan Setelah Pretreatment

Dari gambar IV.16 di atas dapat diketahui bahwa indeks kristalinitas jerami padi mengalami penurunan setelah pretreatment. Pengaruh konsentrasi NaOH pada suhu 100 °C terhadap indeks kristalinitas (CrI) terlihat mengalami kenaikan seiring dengan naiknya konsentrasi NaOH, sedangkan pada suhu 120 dan 140 °C cenderung mengalami penurunan dengan kenaikan konsentrasi NaOH. Penurunan indeks kristalinitas tersebut diindikasikan karena terlarutnya selulosa selama proses pretreatment. Pengaruh penurunan indeks kristalinitas menyebabkan tingkat degradabilitas dari jerami padi menjadi naik. Hal tersebut dikarenakan semakin berkurangnya kristal dalam jerami padi setelah pretreatment.

Didukung oleh penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh He, dkk. (2009) yang menunjukkan bahwa pattern XRD dari kristal selulosa pada jerami padi sebelum dan setelah pretreatment tidak mengalami perubahan, hal tersebut diindikasikan pretreatment dengan NaOH hanya sampai pada permukaan kristal dan amorf, dan terjadi pembengkakan di antara area kristal. Sedangkan

penelitian yang dilakukan oleh Bali dkk. (2014) pada populous dengan konsentrasi 2% NaOH dan suhu 120 °C, selama 60 menit terjadi penurunan CrI yang semula 55% menjadi 54%, akan tetapi pada waktu 2 dan 10 menit CrI turun yaitu 52 dan 51% kemudian naik menjadi 54% pada waktu 60 menit pretreatment.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

V.1 Kesimpulan

1. *Pretreatment* hydrothermal mampu meningkatkan degradasi organik jerami padi yang diindikasikan oleh meningkatnya delignifikasi jerami padi dan meningkatnya kadar gula yang larut dalam air.
2. *Pretreatment* hidrothermal dan NaOH dapat melarutkan lignin dan hemiselulosa, semakin tinggi suhu dan konsentrasi NaOH maka semakin banyak lignin dan hemiselulosa yang larut.
3. *Pretreatment* dengan hydrothermal, gula reduksi yang terbentuk mengalami peningkatan berdasarkan kenaikan suhu dan konsentrasi NaOH.
4. Kecenderungan degradasi organik tertinggi terjadi pada suhu dan konsentrasi NaOH yang lebih tinggi

V.2 Saran

Autoclave untuk *pretreatment* perlu ditambahkan pengaduk, karena terdapat perbedaan temperature di setiap titik dalam autoclave, hal tersebut diketahui setelah *pretreatment* terdapat sebagian jerami yang gosong.

DAFTAR PUSTAKA

- Bailey, J.E., dan Ollis, D.F., “Biochemical Engineering Fundamentals”, 2nd Ed., McGraw-Hill International Edition, Singapore, 1986
- Bali, G., Meng, X., Deneff, J.I., Sun, Q., dan Ragauskas, A.J., “The Effect of Alkaline Pretreatment Methods on Cellulose Structure and Accessibility” Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, ChemSusChem 0000, 00, 1 – 5, 2014.
- Brown, R.M., Saxena, I.M., dan Kudlicka, K., “Cellulose biosynthesis in higher plants”. Trends Plant Sci, 1, 149–156, 1996.
- Chandra, R., Takeuchi, H., dan Hasegawa, T.,” Hydrothermal pretreatment of rice straw biomass: A potential and promising method for enhanced methane production”, Applied Energy, 94, 129–140, 2012.
- Chen, G.Y., Zheng, Z., Luo, Y., Zou, X.X., dan Fang, C.X., “Effect of alkaline treatment on anaerobic digestion of rice straw. Huan Jing Ke Xue, 31, 2208, 2010.
- Cheng, Y.S., Zheng, Y., Yu, C.W., Dooley, T.M., Jenkins, B.M., dan Vandergheynst, J. S., “Evaluation of High Solids Alkaline Pretreatment of Rice Straw”, Appl Biochem Biotechnol, 162, 1768–1784, 2010.
- Dahot, M.U., dan Noomrio, M.H., “Microbial Production of Cellulases by *Aspergillus Fumigatus* Using Wheat Straw as A Carbon Source”, Journal of Islamic Academy of Sciences 9:4, 119-124, 1996.
- Datta, R., “Acidogenic fermentation of lignocellulose-acid yield and conversion of components”. Biotechnology and Bioengineering 23 (9), 2167-2170, 1981.
- Dieter dan Steinhauser, “Biogas from waste and renewable resources : An introduction”, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co, 2008.
- Du, S.K., Zhu, X., Wang, H., Zhou, D., Yang, W., dan Xu, H., “High Pressure Assist-Alkali Pretreatment of Cotton Stalk and

- Physiochemical Characterization of Biomass”, Bioresource Technology 09, 020, 2013.
- Fengel, D., dan Wegener, G., “Wood; Chemistry, Ultrastructure, Reaction”, Berlin: Walter de Gruyter, 1984.
- Fernandes, T.V., Klaasse, B.G.J., Zeeman, G., Sanders, J.P.M., dan Lier, J.B.V., “Effects of thermo-chemical pre-treatment on anaerobic biodegradability and hydrolysis of lignocellulosic biomass”, Bioresour Technol, 100, 2575, 2009.
- Fessenden & Fessenden, “Organic Chemistry”, Wadsworth Inc, California, 1986.
- [Hamelinck, C.N.](#), Hooijdonk, G.V., [Faaij, A.P.C.](#), “Prospects for ethanol from lignocellulosic biomass: techno-economic performance as development progresses”, 2003.
- Haque, Azizul, Md., Barman, D.N., Kang, T.H., Kim, M.K., Kim, J., Kim, H., dan Yun, H.D., “Effect of Dilute Alkali on Structural Features and Enzymatic Hydrolysis of Barley Straw (*Hordeum vulgare*) at Boiling Temperature with Low Residence Time”, J. Microbiol. Biotechnol, 22(12), 1681–1691, 2012.
- He, Y.F., Pang, Y., Liu, Y., Li, X., Wang, K., “Physicochemical Characterization of Rice Straw Pretreated with Sodium Hydroxide in The Solid State for Enhancing Biogas Production”, Energy & Fuel, 2008.
- Hendriks, A.T.W.M., dan Zeeman, G., “Pretreatments to enhance the digestibility of lignocellulosic biomass”, Bioresource Technologi, 100, 10-18, 2009.
- Hsu, T.C., Guo, G.L., Chen, W.H., dan Hwang, W.S., “Effect of Dilute Acid Pretreatment of Rice Straw on Structural Properties and Enzymatic Hydrolysis”, Bioresource Technology, 101, 4907-4913, 2010.
- Imman, S., Arnthong, J., Burapatana, V., Champreda, V., dan Laosiripojana, N., “Effects of Acid and Alkali Promoters on Compressed Liquid Hot Water Pretreatment of Rice Straw”, Bioresource Technology, 171, 29–36, 2014.

- Jin, S.Y., dan Chen, H.Z., “Superfine grinding of steam-exploded rice straw and its enzymatic hydrolysis”, *Biochem. Eng. J.* 30 (3), 225-230, 2006.
- Lee, J.M., “Biochemical Engineering”, prantice Hall, Englewood Cliffs, New Jersey, 1992.
- Liew, L.N., Shi, J., dan Li, Y., “Methane production from solid-state anaerobic digestion of lignocellulosic biomass”, *Biomass Bioenergy*, 46, 125, 2012.
- Liu, W., Hou, Y., Wu, W., Ren, S., dan Wang, W., “Complete conversion of cellulose to water soluble substance by pretreatment with ionic liquids”. *Korean J. Chem. Eng.*, 29 (10), 1403-1408, 2012.
- Luthfiana, W., “Hidrolisis Jerami Padi Secara Enzimatis Dengan Pretreatment Basa Untuk Produksi Hidrogen”, *Teknik Kimia ITS*, Surabaya, 2011.
- Menardo, S., Airoidi, G., dan Balsari, P., “The Effect of Particle Size and Thermal Pre-Treatment on The Methane Yield of Four Agricultural By-Products”, *Bioresource Technology* 104, 708–714, 2011.
- Mosier, N., Wayman, C., Dale, B., Elander, R., Lee, YY., Holtzapple, M., dan Ladisch, M., “Features of Promising Technologies for Pretreatment of Lignocellulose”, *Biores Technol* 13, 673-686, 2005.
- Pandey, A., Negi, S., Binod, P., dan Larroche, C., “Pretreatment of Biomass: Processes and Technologies”, Elsevier, Amsterdam, Netherlands, 2015.
- Perez, J., Munoz-Dorado, J., dela, RT., dan Martinez, J., “Biodegradation and biological treatments of cellulose, hemicellulose and lignin: an overview. *Int Microbiol* 10,53-63, 2002.
- Poletto, M., Zattera, A.J., Forte, M.M.C., Santana, R.M.C., “Thermal decomposition of wood: Influence of wood components and cellulose crystallite size”, *Bioresource Technology*, 109 , 148–153, 2012.

- Prajayana, I.F., Romli, M., dan Suprihatin, “Conversion Of Rice Straw Solid Waste Into Biogas”, Departemen of Agroindustrial Technology, Faculty of Agricultural Technology, Bogor, 2011.
- Rocha, G.J.M., George, J.M., “Mass Balance of Pilot-Scale Pretreatment of Sugarcane Bagasse by Steam Explosion Followed by Alkaline Delignification”. *Bioresource Technology*, 111, 447-452, 2011.
- Saha, B.C., “Lignocellulose Biodegradation and Applications in Biotechnology. In: Lignocellulose Biodegradation”, Saha BC, Hayashi K (Ed.). American Chemical Society, Washington DC. p2-34, 2004..
- Safan, 2008. Produksi Enzim Selulase oleh *Aspergillus niger* dengan Substrat Jerami dalam Solid State Fermentation. Wordpress.com. Diakses pada rabu, 5 oktober 2016
- Sambusiti, C., Ficara, E., Malpei, F., Steyer, J.P., dan Carrère, H., “Benefit of sodium hydroxide pretreatment of ensiled sorghum for age on the anaerobic reactor stability and methane production”, *Bioresour Technology* 144, 149–155, 2013.
- Schlegel, H.G., “Mikrobiologi Umum”. Penerjemah Tedjo Baskoro”, Edisi keenam, Gajah Mada University Press, Yogyakarta, 1994.
- Shu, CH., Jaiswal, R., dan Shih, JS., “Improving Biodegradation of Rice Straw Using Alkaline and *Aspergillus niger* Pretreatment for Methane Production by Anaerobic Co-Digestion”, *Bioprocess Biotech*, 5, 10, 2015.
- Sindhu, R., Pandey, A., dan Binod, P., “Alkaline Treatment: Preteatment of Biomass”, Elsevier, Amsterdam, Netherlands, 2015.
- Sidiras, D. and Koukios, E. “Acid saccharification of ball milled straw Biomass”, 1989.
- Subramaniyan, S. dan Prema, P., “Biotechnology of Microbial Xylanases: Enzymology”, Molecular biology, Sunggyu, L., Speight, J.G., dan Loyalka, S.K., 2002.

- Syamsu J.A., Said S., Tappa B., “Kajian Penggunaan Starter Mikroba dalam Fermentasi Jerami Padi pada peternakan Rakyat di Sulawesi Tenggara”, Prosiding Seminar Nasional Bioteknologi 2006, Pusat Penelitian Bioteknologi LIPI, Bogor, 2006.
- Taherzadeh, M.J., dan Karimi, K., “Pretreatment of lignocellulosic wastes to improve ethanol and biogas production : A review”, *int. j.Mol.Sci.*9,1621-1651, 2008.
- U.S. DOE. “Genomics:GTL Roadmap”. Office of Science, p204, 2005.
- Widjaja, A., “Aplikasi Bioteknologi pada Industri Pulp dan Kertas”, ITS press, Surabaya, 2009.
- Xiaohua, Chen Y., Yalei Z., “Effect of inoculum sources on the anaerobic digestion of rice straw” *Bioresourche technology* 158,149–155, 2015.
- Vadiveloo, J., Nurfariza, B., Fadel, J.G., “Nutritional improvement of rice husks”, *Anim Feed Sci Technol* 56, 299-355, 2009.
- Yusnica, S., Sangian, H.F., Gunawan, S., dan Widjaja, A., “Pretreatment of Sugarcane Bagasse with NaOH and [DMIM][DMP] for Efficient Hydrolysis” Department of Chemical Engineering, Sepuluh Nopember Institute of Technology, Surabaya, Indonesia, 2014.
- Zheng, Y., Zhao, J., Xu, F., dan Li, Y., “Review Pretreatment of lignocellulosic biomass for enhanced biogas production”, *Progress in Energy and Combustion Science*, 42, 35-53, 2014.
- Zilin, S., “Comparison of Seven Chemical Pretreatments of Corn Straw for Improving Methane Yield by Anaerobic Digestion”, 2013.

LAMPIRAN

HASIL PERHITUNGAN DAN ANALISA

A.1. Perhitungan Pretreatment

A.1.1 Perhitungan Kadar Air Jerami dan Jerami tanpa air

Berat jerami sebelum di oven = 1 gram

Berat jerami setelah di oven = 0,9219 gram

$$\text{Kadar air jerami} = \left(1 - \frac{\text{berat jerami sebelum di oven}}{\text{berat jerami setelah di oven}}\right) \times 100\% \\ = 7,81\%$$

$$\text{Jerami tanpa air} = 1 - \text{kadar air jerami} = 92,19\%$$

A.1.2 Perhitungan Air dan NaOH yang Ditambahkan dalam Pretreatment

Perbandingan air dengan jerami (dry basis) yaitu 8:1.

Air yang ditambahkan =

(8 x berat jerami tanpa air) - kadar air dalam jerami

Berat jerami yang dipretreatment = 200 gram

$$\text{Berat jerami tanpa air} = 200 \text{ gram} \times 92,19\% \\ = 184,38 \text{ gram}$$

Kadar air dalam jerami

$$= \text{berat jerami awal} - \text{berat jerami tanpa air}$$

$$= 200 - 184,38 = 15,62 \text{ gram}$$

Air yang ditambahkan

$$= (8 \times 184,38) - 15,62$$

$$= 1459,4 \text{ gram}$$

Konsentrasi NaOH yang ditambahkan yaitu 3%, 5% dan 7% dari berat kering jerami tanpa air

Misal:

$$3\% \text{ NaOH} = 3\% \times \text{berat jerami tanpa air} = 3\% \times 184,38 \\ = 5,53 \text{ gram NaOH}$$

Untuk konsentrasi NaOH yang lain dapat dilakukan perhitungan dengan langkah yang sama.

A.2. Perhitungan Kadar Selulosa, Hemiselulosa dan Lignin dengan Metode Datta (1981)

$$\text{Kadar Selulosa} = \left[\frac{c-d}{a} \right] \times 100\%$$

$$\text{Kadar Hemiselulosa} = \left[\frac{b-c}{a} \right] \times 100\%$$

$$\text{Kadar Lignin} = \left[\frac{d-e}{a} \right] \times 100\%$$

Dimana :

a = ODW (*oven dry weight*) awal sampel biomassa lignoselulosa

b = ODW (*oven dry weight*) residu sampel direfluk dengan air panas

c = ODW (*oven dry weight*) residu sampel setelah direfluk dengan 1 N H₂SO₄

d = ODW (*oven dry weight*) residu sampel setelah diperlakukan dengan 72% H₂SO₄ dan kemudian direfluk dengan 1N H₂SO₄

e = abu dari residu sampel.

Tabel A.1 Hasil analisa chesson (Datta, 1981) pada jerami padi tanpa pretreatment

Variabel	run	selulosa	hemiselulosa	Lignin
Un preteatment	1	28,32	28,41	11,54
	2	31,96	29,72	10,91
	3	26,91	34,33	12,14
rata-rata		29,06	30,82	11,53
deviasi		2,60	3,10	0,61

Tabel A.2 Hasil analisa chesson (Datta, 1981) pada jerami padi pada variabel pretreatment

Variabel	run	selulosa	hemiselulosa	Lignin
3% NaOH, 100 °C	1	34.07	26.08	10.54
	2	29.54	32.42	9.54
rata-rata		31.80	29.25	10.04
deviasi		3.20	4.48	0.70
5% NaOH, 100 °C	1	28.3	23.34	10.76
	2	30.74	25.2	9.11
rata-rata		29.52	24.27	9.93
deviasi		1.72	1.31	1.16
7% NaOH, 100 °C	1	25.49	23.28	10.77
	2	23.78	28.87	7.26
rata-rata		24.63	26.07	9.01
deviasi		1.20	3.95	2.48

Variabel	run	selulosa	hemiselulosa	lignin
3% NaOH, 120 °C	1	28.04	31.63	7.82
	2	29.58	25.82	11.34

rata-rata		28.81	28.73	9.58
deviasi		1.09	4.11	2.49
5% NaOH, 120 °C	1	28.91	28.84	7.30
	2	29.49	25.64	8.97
rata-rata		29.20	27.24	8.13
deviasi		0.41	2.26	1.18
7% NaOH, 120 °C	1	25.03	25.11	7.50
	2	24.00	23.39	10.71
rata-rata		24.52	24.25	9.11
deviasi		0.73	1.22	2.27
3% NaOH, 140 °C	1	26.34	30.96	8.65
	2	26.04	31.54	10.22
rata-rata		26.19	31.25	9.44
deviasi		0.21	0.41	1.11
5% NaOH, 140 °C	1	33.45	17.36	5.92
	2	33.93	17.29	7.46
rata-rata		33.69	17.33	6.69
deviasi		0.34	0.05	1.09
7% NaOH, 140 °C	1	36.10	19.57	4.16

	2	32.16	19.22	8.51
rata-rata		34.13	19.40	6.33
deviasi		2.79	0.25	3.08

A.3. Perhitungan Cr.I (*Crystallinity Index*) dengan Metode Luas Area dan dengan Metode Intensitas

Penentuan *Crystalline Index* dapat di hitung dengan menggunakan pendekatan Luas Area dan pendekatan Intensitas. Perhitungan Index Kristalinitas dari Sampel yang di pelajari dalam penelitian ini akan ditentukan dengan kedua metode tersebut.

A.4.1 Metode Luas Area untuk Penentuan Cr.I (*Crystallinity Index*)

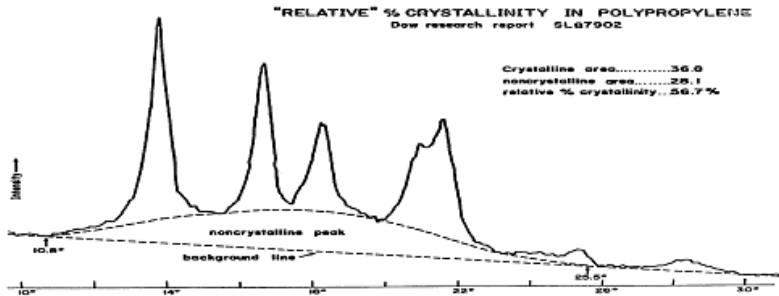
Persamaan yang digunakan dalam penentuan *Crystalline Index* dengan menggunakan metode luas area adalah sebagai berikut :

$$Cr.I = \frac{A_{cryst}}{A_{total}}$$

(Wada dan Okano, 2001; Popescu dkk., 2011; M. Paletto dkk., 2012)

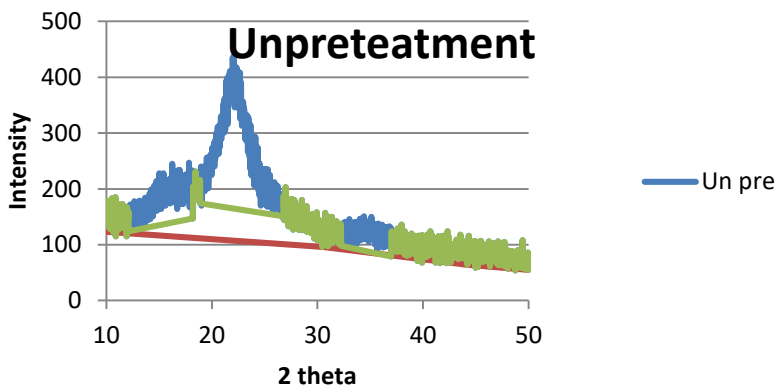
Dengan :

A_{cryst} = Luas Total Area Kristalin
 A_{total} = Luas Total Area Kristalin dan Amorf

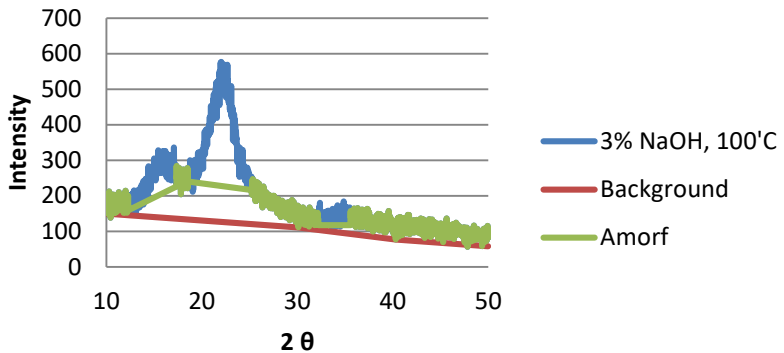


Gambar A.1 Metode Penentuan Cr.I dengan Perhitungan Luas Area

Dalam gambar A.1 terlihat bahwa A_{cryst} adalah luas area total di bawah kurva dikurangi dengan luas dibawah noncrystalline peak. Sedangkan A_{total} adalah luas area total di bawah kurva dikurangi dengan luas dibawah *background line*. Berikut ini disajikan grafik XRD dan perhitungan luas area dari sampel yang dipelajari dalam penelitian ini.



3% NaOH, 100°C



Tabel A.3 Data Luas Area dan Index Kristalinitas (Cr.I)

No	Variabel	Luas Area		Cr.I
		Amorf	Kristalin	
1.	<i>Untreated</i>	1221	1254	50,67
2.	3% NaOH, 100 °C	2144	1269	37,18
3.	5% NaOH, 100 °C	1493	826	35,63
4.	7% NaOH, 100 °C	1118	946	45,83
5.	3% NaOH, 120 °C	1502	1383	47,94
6.	5% NaOH, 120 °C	1519	854	36
7.	7% NaOH, 120 °C	1318	952	41,95
8.	3% NaOH, 140 °C	1594	1031	39,29

9.	5% NaOH, 140 °C	1878	894	32,26
10.	7% NaOH, 140 °C	1484	745	33,45

A.4.2 Metode Intensitas untuk Penentuan Cr.I (*Crystallinity Index*)

Persamaan yang digunakan dalam penentuan *Crystalline Index* dengan menggunakan metode intensitas adalah sebagai berikut :

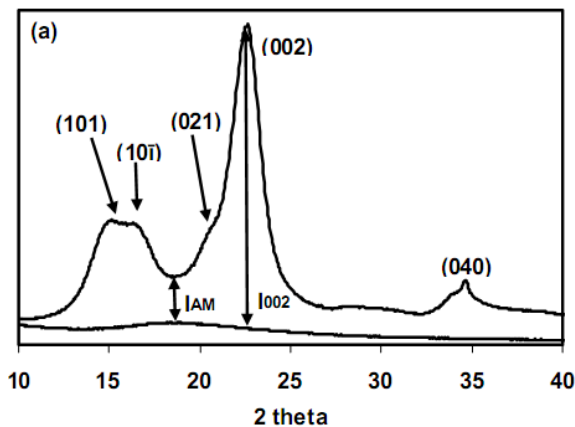
$$Cr.I = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} \times 100$$

(Segal dkk, 1959; Wada dan Okano 2001; Gumuskaya 2003; M. Paletto dkk, 2012)

Dengan :

I_{002} = Intensitas tertinggi dari Peak Kristalin

I_{am} = Intensitas tertinggi dari Peak nonkristalin/amorf



Gambar A.2 Metode Penentuan Cr.I dengan Perhitungan Intensitas I_{002} dan I_{am} (Park dkk, 2013)

Dalam gambar A.2 terlihat bahwa I_{002} adalah Intensitas tertinggi Kurva kristalin dikurangi intensitas background. Sedangkan I_{am} adalah Intensitas tertinggi Kurva

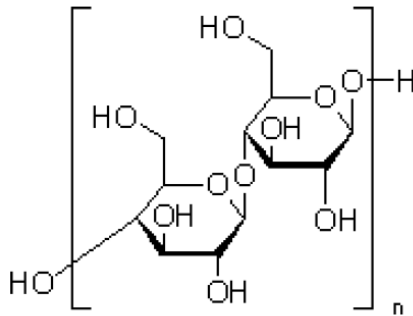
nonkristalin/amorf dikurangi intensitas background. Berikut ini disajikan data Cr.I yang dihitung menggunakan metode Intensitas.

Tabel A.4 Data Intensitas Kurva Kristalin (I_{002}) dan Data Intensitas Kurva nonkristalin/amorf (I_{am}) dalam perhitungan Cr.I Menggunakan metode Intensitas

No	Variabel	I_{002}				I_{am}				Cr.I
		2 θ	Intensitas	Background	I_{002} Intensitas	2 θ	Intensitas	Background	I_{am} Intensitas	
1	Untreated	22,07	438	107,07	330,93	17,82	180	112,67	67,33	79,65
2	3 % NaOH 100 °C	21,98	575	126,77	448,23	18,05	225	134,38	90,62	79,78
3	5 % NaOH 100 °C	22,27	359	94,97	264,03	17,99	154	101,96	52,04	80,29
4	7 % NaOH 100 °C	22,32	403	121,69	281,31	18,09	172	124,54	47,46	83,13
5	3 % NaOH 120 °C	22,27	495	124,84	370,16	18,34	207	129,89	77,11	79,17
6	5 % NaOH 120 °C	21,95	429	111	318	17,87	171	114,41	56,59	82,20
7	7 % NaOH 120 °C	22,38	374	96,96	277,04	18,37	167	102,55	64,45	76,74
8	3 % NaOH 140 °C	22,33	508	114,89	393,11	17,94	189	118,68	70,32	82,11
9	5 % NaOH 140 °C	21,83	381	111,73	269,27	18,52	188	118,66	69,34	74,25
10	7 % NaOH 140 °C	22,27	389	107,18	281,82	17,80	153	111,84	41,16	85,39

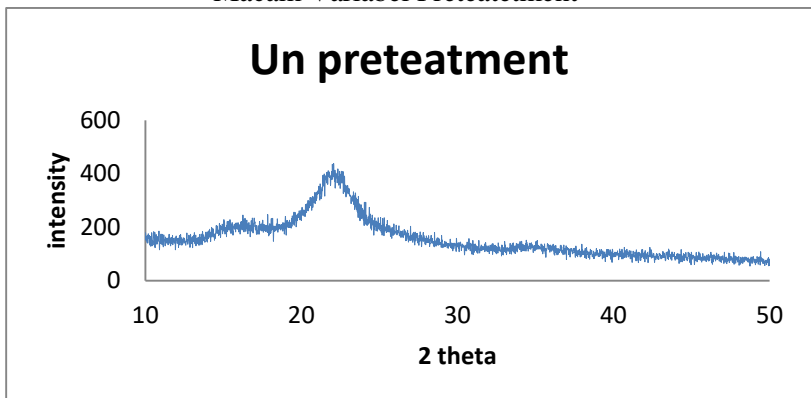
A.4. Selulosa (*Microcrystalline Cellulose*)

Selulosa murni (microcrystalline cellulose) yang digunakan sebagai pembandingan saat analisa XRD dalam penelitian ini, berbentuk serbuk dengan warna putih. Padatan ini memiliki ukurannya yaitu +60 mesh sebanyak $\leq 10\%$ dan +200 mesh sebanyak $\geq 40\%$ dan memiliki rumus struktur sebagai berikut :

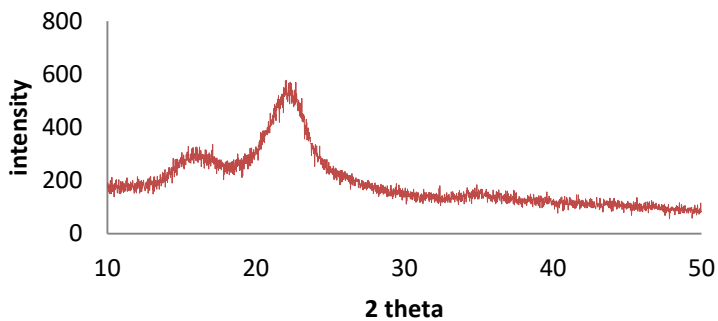


Gambar A.3 Rumus Struktur Selulosa
(*Microcrystalline Cellulose*)

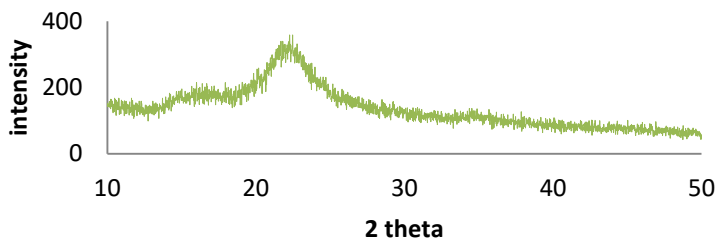
Gambar A.6 Grafik Hasil Analisa XRD dari Berbagai
Macam Variabel Preteatment



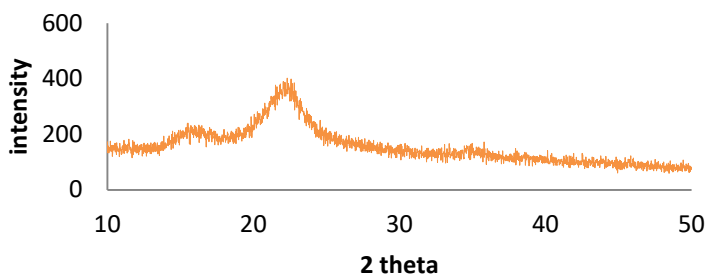
3% NaOH, 100'C



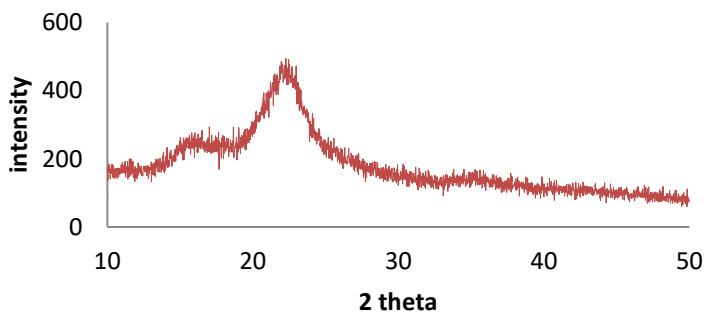
5% NaOH, 100'C



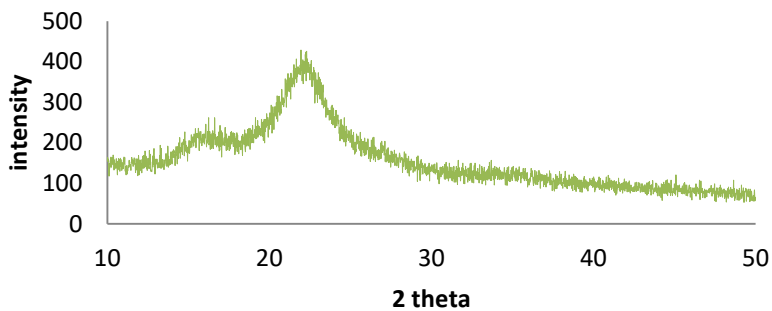
7% NaOH, 100'C



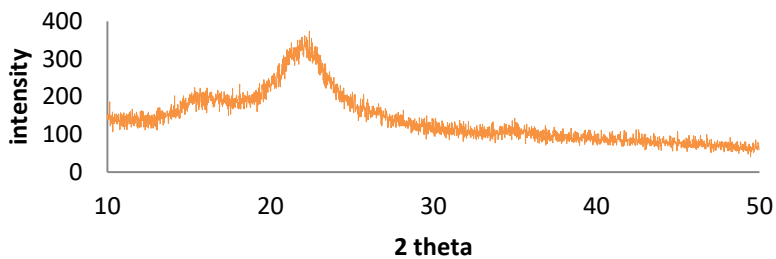
3% NaOH, 120'C



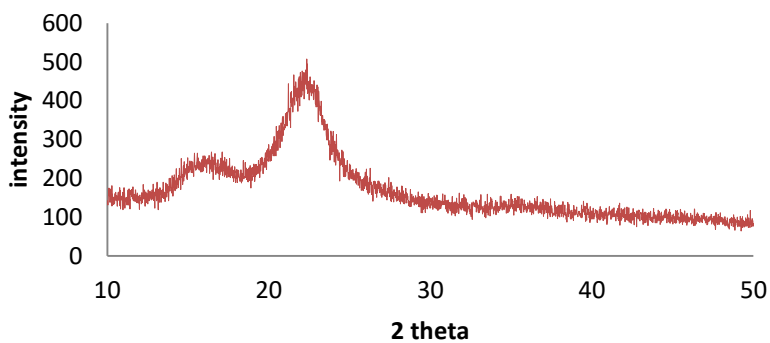
5% NaOH, 120'C



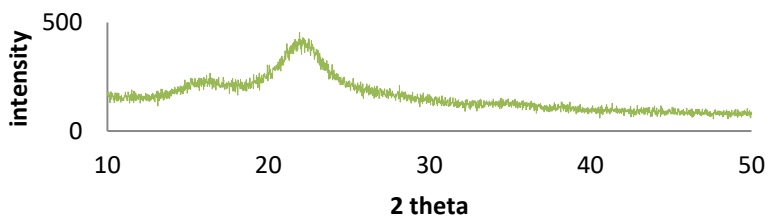
7% NaOH, 120'C

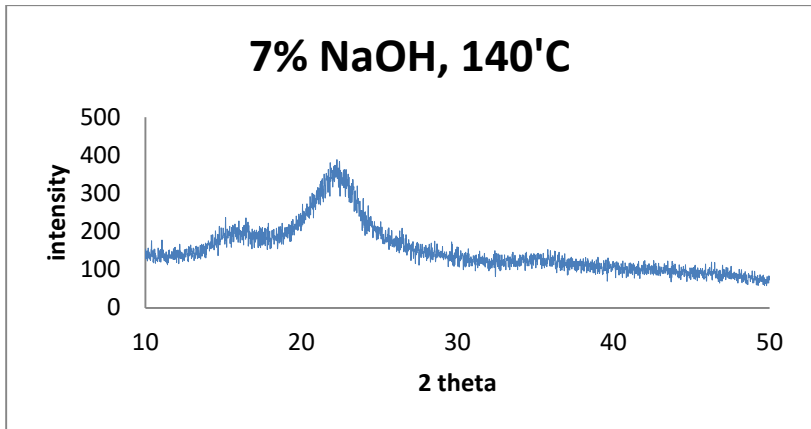


3% NaOH, 140'C



5% NaOH, 140'C





A.5. Perhitungan Konsentrasi Glukosa pada Kurva Standar Glukosa untuk Menghitung Gula Reduksi

$$\text{Massa glukosa} = 0,367 \text{ gram}$$

$$\text{Volume buffer sitrat} = 100 \text{ ml}$$

$$= 0,1 \text{ L}$$

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi Glukosa awal} &= \frac{\text{Massa Glukosa awal (gr)}}{\text{Volume Total Larutan Glukosa (L)}} \\ &= \frac{0,367 \text{ gr}}{0,1 \text{ L}} \end{aligned}$$

$$= 3,67 \text{ gr/L}$$

Misalkan pada pengenceran 5:0 (glukosa : buffersitrat)

Konsentrasi di tabung reaksi

$$= \frac{\text{konsentrasi glukosa awal} \times \text{volume larutan glukosa}}{\text{volume total}}$$

$$= \frac{3,67 \text{ gr/L} \times 5 \text{ ml}}{5 \text{ ml}} = 3,67 \text{ gr/L}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Konsentrasi di kuvet} &= \frac{\text{konsentrasi di tabung reaksi}}{5/0,2} \\
 &= \frac{3,67 \text{ gr/L}}{25} = 0,147 \text{ gr/L}
 \end{aligned}$$

Untuk konsentrasi yang lain, perhitungan dapat dilakukan dengan langkah yang sama.

RIWAYAT PENULIS I



Khozin Asror dilahirkan di Pati, Jawa Tengah pada 26 November 1992. Penulis telah menempuh jenjang pendidikan formal di Pati. Mulai dari MI Mathali'ul Falah, MTs dan MA Raudlatul Ulum Guyangan. Kemudian pada tahun 2011, penulis melanjutkan pendidikan D3 Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Semarang.

Tahun 2014, penulis melanjutkan lintas jalur S1 di Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya dan menjalankan penelitian di Laboratorium Teknologi Biokimia sampai terselesaikannya buku ini. Penulis menyelesaikan tugas Pra-Desain pabrik dengan judul **“Pabrik Olein dan Stearin dari Tandan Buah Segar (TBS) Kelapa Sawit”** dan skripsi yang berjudul **“Pengaruh Suhu dan Konsentrasi NaOH pada Proses Hodrothermal Jerami Padi untuk Bahan Baku Biogas”** dibawah bimbingan Prof. Dr. Ir. Arief Widjaja, M. Eng. Penulis berharap semoga semua ilmu yang telah penulis peroleh selama menempuh studi di Jurusan Teknik Kimia ITS ini dapat bermanfaat bagi diri sendiri, maupun banyak pihak lainnya.

RIWAYAT PENULIS II



Ayu Rahma Emilia adalah anak ketiga dari tiga bersaudara lahir di Sidoarjo pada tanggal 29 Agustus 1992 dari pasangan Bapak Ali Musthofa dan Ibu Nur Afifah.

Penulis mengenyam pendidikan di SDN Tanggul 01 (1999-2004), SMPN 3 Peterongan – Jombang (2005-2008) SMAN 1 Krian (2008-2011), D3 Teknik Kimia FTI-ITS (2011-2014) dan Lintas Jalur S1 Teknik Kimia FTI-ITS (2014-2017)

Penulis pernah menjalani kerja praktek di PETROKIMIA Gresik selama satu bulan (juli 2016). Penulis juga menyelesaikan tugas Pra-Desain “**Pabrik Olein dan Stearin dari Tandan Buah Segar (TBS) Kelapa Sawit**” dan skripsi yang berjudul “**Pengaruh Suhu dan Konsentrasi NaOH pada Proses Hidrothermal Jerami Padi untuk Bahan Baku Biogas**” dibawah bimbingan Prof. Dr. Ir. Arief Widjaja, M. Eng. Apabila ada kritik dan saran yang membangun tentang penelitian ini, maka pembaca dapat menghubungi penulis via email :

Rahmaemelia77@gmail.com